

# THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE LYON

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ÈS SCIENCES PHYSIQUES

PAR

LOUIS SICARD

---

*Première Thèse :*

DÉTERMINATION

DU

COEFFICIENT DE DIFFUSIVITÉ THERMIQUE

EN RÉGIME VARIABLE

*Deuxième Thèse :*

PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ

*Soutenues le 10 Juillet 1959 devant la Commission d'examen.*

|                     |                     |
|---------------------|---------------------|
| MM. R. BERNARD..... | <i>Président.</i>   |
| G. MALECOT.....     | } <i>Examineurs</i> |
| Ch. EYRAUD.....     |                     |
| L. EYRAUD.....      |                     |

LYON

1959







Digitized by the Internet Archive  
in 2026

[https://archive.org/details/IA41553605\\_0013](https://archive.org/details/IA41553605_0013)

# THÈSES

PRÉSENTÉES

A LA FACULTÉ DES SCIENCES DE L'UNIVERSITÉ DE LYON

POUR OBTENIR

LE GRADE DE DOCTEUR ÈS SCIENCES PHYSIQUES

PAR

LOUIS SICARD

---

*Première Thèse :*

## DÉTERMINATION

DU

## COEFFICIENT DE DIFFUSIVITÉ THERMIQUE

## EN RÉGIME VARIABLE

*Deuxième Thèse :*

PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ

*Soutenues le 10 Juillet 1959 devant la Commission d'examen.*

|                     |                     |
|---------------------|---------------------|
| MM. R. BERNARD..... | <i>Président.</i>   |
| G. MALECOT. ....    | } <i>Examineurs</i> |
| Ch. EYRAUD ..... .. |                     |
| L. EYRAUD ..... ..  |                     |

LYON

—  
1959



# UNIVERSITÉ DE LYON — FACULTÉ DES SCIENCES

## Doyens Honoraires.

MM. LONGCHAMON, \* O., \* I., \* I., \* I., \* I.  
DOUIN, \* O., \* I., \* I.

## Professeurs Honoraires.

MM. LOCQUIN, \* I., Correspondant de l'Institut.  
DE LARAMBERGUE, \* A.  
MM. DOEUVRE, \* A.  
SOLLAUD, \* I.  
MENTZER, \* I.

## Doyen.

M. MOUSSA, \* A.

## Assesseur.

M. PRETTRE, \* I.

## Professeurs.

MM.  
LONGCHAMON, \* O., \* I., \* I., \* I., \* I., Minéralogie.  
DOUIN, \* O., \* I., \* I., Botanique.  
DÉJARDIN, \* O., \* I., \* I., c., Physique générale.  
PRETTRE, \* I., Chimie industrielle.  
DUFAY, \* I., Astronomie.  
EYRAUD H., \* I., Calcul différentiel et intégral.  
THIBAUD, \* I., Physique atomique.  
CORDIER, \* O., \* I., \* I., c., \* I., Physiologie.  
KÜHNER, \* I., Botanique.  
AUMÉRAS, \* I., Chimie.  
COLONGE, \* I., Chimie organique.  
COURTY, \* I., Chimie physique.  
BERNARD R. G., \* I., Physique appliquée.  
MM.  
MALÉCOT, \* I., Mécanique rationnelle et appliquée.  
FLANDRIN, Géologie appliquée.  
JANIN, \* A., Physique.  
VIRET, \* I., Géologie.  
MOUSSA, \* A., Chimie nucléaire.  
NIGON, Zoologie expérimentale.  
WAUTIER, Zoologie.  
GAUTHIER H., Géologie.  
CHOPIN, Chimie biologique.  
BRACONNIER, Mathématiques.  
CUEILLERON, Chimie.  
BOUTILLIER, \* I., \* I., Minéralogie.  
JAFFARD, Mathématiques.  
BOIDIN, Botanique.  
EYRAUD C., Chimie minérale.

## Maitres de Conférences.

MM.  
LAVIOLETTE, Zoologie.  
LAFOUCRIÈRE, Physique nucléaire.  
DESSAUX, Physiologie.  
MESNARD, Physique générale.  
LONGCHAMP, Physique.  
GRANDMONTAGNE, Physique générale.  
TEICHNER, Chimie industrielle.  
GIGOUT, Géologie.  
DREUX, Chimie.  
MM.  
DEPRAZ, Techniques de Physique nucléaire.  
PISTOULET, Physique.  
PACHECO, Chimie biologique.  
FÉRON, Mathématiques.  
DE CECCATTY, Zoologie.  
MERLIN, Chimie.  
PHILBERT, Physique nucléaire.

## Chargés de cours complémentaires.

MM.  
PENNANEAC'H, \* A., Mathématiques.  
GAUTHIER J., \* A., Chimie.  
DAVID L., Géologie.  
UZAN, Physique.  
BERNARD R., Physique.  
CHENEVOY, Géologie appliquée.  
COTILLON, Géologie appliquée.  
STRIFFLING, Météorologie et Physique du Globe.  
MM.  
MAZENOT, Géologie.  
MURET, Botanique.  
FIASSON, Zoologie.  
TRANCHAT, Physique.  
SALLES, Mathématiques.  
PERNOUX, Physique.  
EYRAUD Y., Physique.  
BÉNÉ, Physique.

## Secrétaire.

M. ROUX, \* I.

*A LA MÉMOIRE DE MA MÈRE*

*A MON PÈRE*

*A MA FEMME*

*A MES ENFANTS*



Ces recherches ont été poursuivies dans les laboratoires de Chimie minérale de la Faculté des Sciences de Lyon, sous la direction de M. le professeur Charles Eyraud. Je suis heureux de pouvoir lui exprimer à cette occasion ma vive reconnaissance tant pour m'avoir donné la possibilité d'entreprendre ce travail, libéré de préoccupations matérielles, que pour avoir suivi avec un intérêt toujours clairvoyant le développement de ces expériences.

J'adresse mes remerciements à M. Lucien Eyraud, maître de Conférences à l'I. N. S. A., qui a participé activement à ce travail, m'apportant une aide précieuse.

Ces travaux ont été entrepris grâce à l'appui du Commissariat à l'Énergie Atomique — Centre d'Études Nucléaires de Saclay — et particulièrement de M. Salesse, chef du Département Métallurgie, de M. Caillat, chef du Service Chimie des Solides et de M. Elston son adjoint, auxquels j'exprime mes vifs remerciements.

Les services rendus par mes camarades et le personnel du Laboratoire, spécialement de MM. Argaud et Comez, m'ont été précieux, je les en remercie.

Je suis reconnaissant à M. le professeur Bernard de bien vouloir me faire l'honneur d'accepter la présidence du Jury.

Je désire aussi témoigner ma vive gratitude envers M. le professeur Malecot, mon maître et membre du Jury dont l'érudition est inépuisable et qui m'a donné d'utiles indications pour les solutions de l'équation de la chaleur.



## INTRODUCTION

Cette méthode fut proposée la première fois par Angström [1]. Elle consiste à entretenir un effet thermique périodique sur une face plane d'un échantillon, et à suivre l'évolution de la température en un ou plusieurs points de celui-ci.

Angström prenait pour échantillon des barres métalliques de section relativement faible. L'une des extrémités était chauffée par un foyer mobile, puis refroidie par arrosage avec une quantité d'eau déterminée. Ces deux opérations alternaient périodiquement. Angström admettait que la température était tantôt celle de la flamme, tantôt celle de l'eau de refroidissement. Il observait la température à l'autre extrémité à l'aide d'un thermomètre.

Dans des expériences postérieures dues à Forbes [2], les températures étaient mesurées en deux points différents à l'aide de deux thermomètres. La méthode a été reprise depuis cette époque par divers auteurs [3, 4, 6, 7, 12, 15, 17, 18, 22, 23].

Il ne semble pas cependant que ces auteurs (exception faite pour Hims-worth [18] et quelques autres) se soient attachés à mesurer des températures profondes, à « cœur ». Dans la plupart des travaux antérieurs, les emplacements de mesures appartiennent à des surfaces concaves ou convexes ; lorsqu'il s'agit de températures dans la masse, la surface latérale est proche tige longue [1, 2, 6, 7, 12, 22] ; tube mince [17].

On peut diminuer notablement les erreurs commises dans l'observation d'une température superficielle moyennant quelques précautions : écran, chauffage de compensation, etc. Mais l'égälisation des distributions de températures, recherchée pour faire disparaître la déformation des isothermes produite par le dispositif de mesure, s'obtient en étalant cette déformation sur une surface plus importante. Le gradient subit une variation moindre sur une aire plus grande, il subsiste une fuite thermique difficile à évaluer. On peut également tenir compte des fuites thermiques dans les calculs. Mais ces formules de correction sont toujours approximatives, elles ne sont valables le plus souvent que dans des intervalles de températures déterminés.

Nous avons développé la méthode d'Ansgtröm afin de la rendre applicable à des échantillons massifs. Nous avons utilisé un dispositif de chauffage périodique approprié à des fréquences élevées. Nous nous sommes efforcé de prévoir et d'évaluer les différentes causes d'erreur. En nous plaçant dans des conditions où ces erreurs systématiques sont acceptables, nous avons appliqué cette méthode à la détermination de la diffusivité en fonction de la température dans deux cas bien différents de solides polycristallins :

a) type de structure invariante dans le domaine exploré : oxyde de béryllium dans l'intervalle de température  $20^{\circ}$  à  $1\ 000^{\circ}$  C ;

b) modification de structure dans un solide ferroélectrique au voisinage de son point de Curie : métatitanate de baryum étudié par plusieurs auteurs [24] et [28] (voir bibliographie de ces travaux).

## CHAPITRE I

# MÉTHODE DE MESURES

### PRINCIPE

Soit un solide homogène et isotrope soumis à des perturbations thermiques d'origine externe et transmises par effet de conduction. Considérons un domaine  $\tau$  limité par une surface  $\sigma$ , soit  $\theta$  la température en un point M de  $\sigma$ . La quantité de chaleur qui traverse la surface  $\sigma$  pendant un temps  $dt$  est donnée par :

$$dQ = \int_{\sigma} K \vec{v} \cdot \vec{\text{grad}} \theta dt d\sigma \quad (1)$$

K étant le coefficient de conductivité thermique,  $\vec{v}$  la normale unitaire dirigée vers l'extérieur de  $\sigma$ . Cette quantité de chaleur  $dQ$  reçue par le volume  $\tau$  élève la température au point M d'une quantité  $\frac{\partial \theta}{\partial t} dt$ , ce qui nécessite une quantité de chaleur totale :

$$\int \int \int_{\tau} \rho c \frac{\partial \theta}{\partial t} dt d\tau$$

$\rho$  et  $c$  étant la masse et la chaleur spécifique au point considéré. Comme il n'y a pas d'autres causes de mouvement de chaleur dans le domaine considéré :

$$\int \int \int_{\tau} \rho c \frac{\partial \theta}{\partial t} dt d\tau = \int \int_{\sigma} K \vec{v} \cdot \vec{\text{grad}} \theta dt d\sigma$$

$$\text{ou} \quad \frac{\partial \theta}{\partial t} = \frac{1}{\rho c} \text{div} (K \vec{\text{grad}} \theta) \quad (2)$$

Le coefficient  $K$  est fonction de la température  $\theta$  ; il varie d'un point à un autre par l'intermédiaire de  $\theta$ , d'où :

$$\frac{\partial \theta}{\partial t} = \frac{K}{\rho c} \operatorname{div} \overrightarrow{\operatorname{grad} \theta} + \frac{1}{\rho c} \frac{\partial K}{\partial \theta} \overrightarrow{\operatorname{grad}^2 \theta} \quad (3)$$

C'est l'équation de Fourier dans le cas d'un matériau dont la conductivité thermique varie avec la température. Mais si les variations de température sont faibles,  $\operatorname{grad} \theta$  est faible, son carré est négligeable. Dans ces conditions la loi de transmission de la chaleur est la suivante :

$$\frac{\partial \theta}{\partial t} = D \operatorname{div} \overrightarrow{\operatorname{grad} \theta} \quad (4)$$

$D = \frac{K}{\rho c}$  est la diffusivité thermique du matériau.

Dans le cas d'un solide illimité soumis à des perturbations thermiques planes, (4) se réduit à :

$$\frac{\partial \theta}{\partial t} = D \frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} \quad (5)$$

Cherchons une solution périodique sinusoïdale en chaque point

$$\theta = f(x) \exp i \omega t \quad (6)$$

$f(x)$  satisfait à l'équation différentielle :

$$i \omega f(x) = D f''(x) \\ f(x) \equiv A \exp \sqrt{\frac{i \omega}{D}} x + B \exp -\sqrt{\frac{i \omega}{D}} x$$

expression dans laquelle  $i^2 = -1$  et  $\sqrt{i}$  désigne la même détermination ; en termes réels  $\theta_0$  étant une constante, on a :

$$\theta = \theta_0 \left[ A \exp -x \sqrt{\frac{\omega}{2D}} \sin \left( t - x \sqrt{\frac{\omega}{2D}} + \alpha \right) \right. \\ \left. + B \exp x \sqrt{\frac{\omega}{2D}} \sin \left( \omega t + x \sqrt{\frac{\omega}{2D}} + \beta \right) \right] \quad (7)$$

La quantité  $\lambda = 2\pi \sqrt{\frac{2D}{\omega}}$  peut être assimilée à une longueur d'onde.

L'amplitude thermique  $\theta$  résulte de la superposition de deux phénomènes analogues à deux ondes amorties se propageant en sens contraire.

Il ne s'agit pas cependant d'ondes véritables ; si l'on cherche l'équation des caractéristiques de (5), c'est-à-dire les lignes le long desquelles l'ensemble :

$$\frac{\partial^2 \theta}{\partial x^2} \quad \frac{\partial^2 \theta}{\partial x \partial t} \quad \frac{\partial^2 \theta}{\partial t^2}$$

présente une indétermination, on trouve  $dt^2 = 0$ . Les ondes calorifiques se propagent avec une vitesse infinie. En d'autres termes les discontinuités du second ordre se propagent instantanément, ce n'est pas le cas de l'ébranlement sinusoïdal considéré ci-dessus.

Cependant, en dépit de cette différence fondamentale, l'analogie d'une onde avec un ébranlement thermique peut se poursuivre plus loin dans le cas d'un changement de milieux. Abstraction faite du régime transitoire précédant l'installation d'un équilibre thermique, on constate, dans certains cas de régime permanent sinusoïdal, l'existence d'une variation de phase correspondant à l'ébranlement thermique partiellement réfléchi (voir chapitre I : Perturbations dues aux soudures).

Considérons l'égalité (7), la deuxième moitié du second membre correspond à une variation sinusoïdale qui s'amplifie quand on considère des points d'abscisse  $x$  croissante. Ce phénomène ne correspond pas à l'existence du régime thermique dans un solide semi-infini excité le long d'une face plane. On a donc seulement dans ce cas :

$$\theta = \theta_0 \exp -x \sqrt{\frac{\omega}{2D}} \sin \left( \omega t - x \sqrt{\frac{\omega}{2D}} \right) \quad (8)$$

en négligeant la phase  $\alpha$  et en faisant entrer la constante  $A$  dans  $\theta_0$  qui devient ainsi l'amplitude sur la surface d'attaque.

La propagation d'un ébranlement thermique dans un matériau conducteur homogène s'amortit très rapidement. On a les résultats suivants :

| Distance relative $\frac{x}{\lambda}$ | rapport des amplitudes<br>maxima $\theta_m/\theta_0$ |
|---------------------------------------|------------------------------------------------------|
| 1/30                                  | 0,811                                                |
| 1/20                                  | 0,730                                                |
| 1/10                                  | 0,532                                                |
| 1/4                                   | 0,208                                                |
| 1/2                                   | 0,0432                                               |
| 1                                     | 0,00187                                              |

Cependant si l'on observe les variations de température en deux points d'abscisses  $x_1$  et  $x_2$ , de ces lectures, on peut déduire le coefficient de diffusivité thermique :

1<sup>o</sup> soit en calculant le rapport des amplitudes :

$$\frac{\theta_1}{\theta_2} = \exp(x_2 - x_1) \sqrt{\frac{\omega}{2D}}$$

$$D = \frac{\omega(x_2 - x_1)^2}{2(L\theta_2 - L\theta_1)^2} \quad (9)$$

2<sup>o</sup> soit en observant la différence de phases entre les deux variations sinusoïdales de température. Si  $\emptyset$  est cette différence de phase en cycle :

$$D = \frac{(x_2 - x_1)^2}{8\pi^2\emptyset^2} \quad (10)$$

On déduit la diffusivité d'une mesure de longueur, d'une mesure de période et d'un rapport d'amplitude (ou différence de phase), c'est une mesure absolue.

### INFLUENCE DES BORDS

Les dimensions de l'échantillon ne sont pas indéfinies. L'attaque thermique d'un bloc de grandes dimensions consommerait trop d'énergie pour être utilisable. Il faut donc se résigner à utiliser un échantillon dans lequel la proximité des parois latérales d'ailleurs perpendiculaires à la face d'attaque déforme les isothermes et disperse le flux calorifique.

Nous avons recherché les conditions d'expériences permettant de négliger l'effet perturbateur engendré par les parois latérales. Au lieu d'utiliser des artifices expérimentaux qui tiennent compte ou diminuent cet effet nuisible, nous avons tenté de calculer la distribution des températures dans le bloc échantillon. Il est difficile de tenir compte de tous les effets mis en jeu, rayonnement, convection et conduction de l'atmosphère ambiante. Nous nous sommes placés dans les conditions les plus défavorables. Les résultats que nous obtiendrons seront donc en réalité des bornes supérieures de l'erreur commise en remplaçant le solide fini par un solide infini. Il n'est donc pas interdit de penser qu'il existe des limites plus serrées.

#### 1<sup>re</sup> méthode de calcul.

On assimile la plage d'attaque à un cercle, on suppose que l'attaque se produit de façon qu'aucune perturbation ne soit introduite par la face libre du disque de chauffage.

Une réalisation pratique de ce dispositif consiste à utiliser deux blocs du même matériau placés de part et d'autre du disque de chauffage. Par ailleurs,

bien que la plage d'attaque soit un cercle de rayon  $a$ , on suppose le matériau indéfini.

Considérons en P un élément  $d\sigma$  de la plage d'attaque (fig. 1). Si cet élément fonctionnait isolément, il se comporterait comme une source sphérique. On aurait au point M de l'axe du cercle d'attaque l'effet thermique élémentaire :

$$\frac{A}{r} e^{-\mu r} \sin (\omega t - \mu r)$$

avec 
$$\mu = \sqrt{\frac{\omega}{2D}}$$

$r$  étant la distance du centre perturbateur P au point M. L'équation de Fourier (4) étant une équation linéaire en  $\theta$ , on peut superposer une infinité de solutions sphériques. On supposera la densité des centres P uniforme sur le cercle d'attaque. L'effet thermique global :

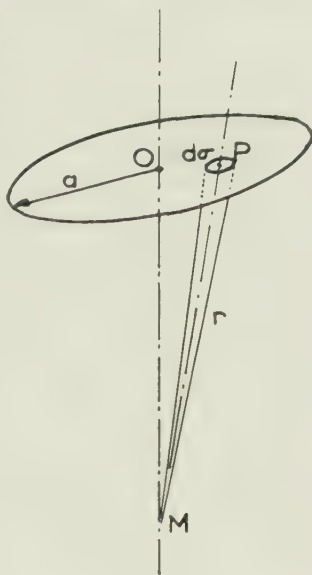


FIG. 1.

$$\theta(M) = \int_{\sigma} \frac{A}{r} e^{-\mu r} \sin (\omega t - \mu r) d\sigma$$

$$\theta = A \frac{\pi \sqrt{2}}{\mu} \left[ e^{-\mu x} \sin \left( \omega t - \mu x + \frac{3\pi}{4} \right) - e^{-\mu \sqrt{a^2 + x^2}} \left( \sin \left( \omega t - \mu \sqrt{a^2 + x^2} + \frac{3\pi}{4} \right) \right) \right] \quad (11)$$

où  $x$  désigne l'abscisse OM et  $a$  le rayon du cercle d'attaque. Le deuxième terme est un effet perturbateur ; son amplitude et sa phase ne varient pas linéairement avec la distance OM comme dans le terme principal. Il est négligeable en particulier si le rapport :

$$\frac{\exp -\mu \sqrt{a^2 + x^2}}{\exp -\mu x} = \exp \mu (x - \sqrt{a^2 + x^2})$$

est faible.

Si  $x$  est petit devant  $a$  :  $x - \sqrt{a^2 + x^2}$  est voisin de  $-a$  ; prenons  $\mu a = 2\pi$ , le rapport ci-dessus a pour valeur  $\exp -2\pi = 0,0019$  :

$$a = \frac{2\pi}{\mu} = \lambda \quad (12)$$

Si la rayon de la plage d'attaque est égal à la longueur d'onde, l'erreur est inférieure à deux millièmes.

Remarque 1. — Appliquons ce résultat dans le cas du régime permanent  $\lambda = \infty$ . On serait donc amené à prendre un échantillon de dimensions infinies. Ce résultat est évidemment aberrant, il tient à ce que les considérations précédentes indiquent des conditions où l'erreur est inférieure à une limite trop sévère, nous avons exagéré les pertes (majorante). Il faut diminuer la marge de sécurité de l'erreur systématique pour obtenir une théorie quantitative utilisable.

C'est un avantage à verser au compte de la méthode dynamique. Elle permet de déterminer des dimensions minima de l'échantillon en fonction de la fréquence utilisée malgré des conditions très larges mais commodes.

Remarque 2. — La méthode développée ci-dessus peut permettre de calculer la distribution des températures dans un solide semi infini chauffé par une plaque plane de forme quelconque en régime permanent.

Les notations sont les mêmes que dans les calculs précédents (fig. 1), le point M est ici quelconque. La surface de chauffage étant supposée plane, le gradient normal à cette plaque est :

$$\text{grad}_n \theta = \vec{v} \cdot \overrightarrow{\text{grad}} \int_{\sigma} \frac{d\sigma}{r} = \int_{\sigma} \vec{v} \cdot \overrightarrow{\text{grad}} \frac{1}{r} d\sigma = \int_{\sigma} d\Omega$$

$d\Omega$  étant l'angle solide sous lequel on voit  $d\sigma$  du point M.

La composante normale du gradient de température est proportionnelle à l'angle solide sous lequel on voit du point considéré la plaque chauffante.

Remarque 3. — En l'absence de discontinuités on peut également calculer de façon simple la courbure moyenne des surfaces isothermes.

L'équation (4) s'écrit :

$$\frac{\partial \theta}{\partial t} = D \text{div} \overrightarrow{\text{grad}} \theta = D \text{div} (\vec{v} g)$$

en posant  $\overrightarrow{\text{grad}} \theta = g \vec{v}$  ( $g$  intensité du gradient,  $\vec{v}$  normale unitaire à la surface isotherme) :

$$\text{div} (\vec{v} g) = \vec{v} \cdot \overrightarrow{\text{grad}} g + g \text{div} \vec{v}$$

or  $\text{div} \vec{v} = -2\rho$ ,  $\rho$  étant la courbure moyenne de la surface isotherme (mesure algébrique suivant  $\vec{v}$ ) :

$$\frac{\partial \theta}{\partial t} = D (\vec{v} \cdot \overrightarrow{\text{grad}} g - 2\rho g)$$

En régime permanent :  $\frac{\partial \theta}{\partial t} = 0$

$$2\rho = \vec{v} \cdot \vec{\text{grad}} Lg \quad \text{ou} \quad g_1 = g_0 \exp \int_0^1 2\rho ds$$

L'intégrale étant prise le long d'une ligne de champ, on déduit le gradient de la connaissance du réseau d'isotherme (résultat identique à celui que l'on obtient en électrostatique).

En particulier si le point considéré est un ombilic, la courbure d'une section normale est égale à  $\rho$ . Par exemple, dans le cas d'un axe de symétrie de révolution, soit  $x$  la cote sur cet axe :

$$\rho = \frac{\partial L\sqrt{g}}{\partial x}$$

## 2<sup>e</sup> méthode de calcul.

Nous supposons maintenant que la surface externe, à l'exception toutefois de la surface d'attaque, soit maintenue à la température ambiante par le jeu d'un rayonnement et d'une convection très actifs. Plaçons-nous donc

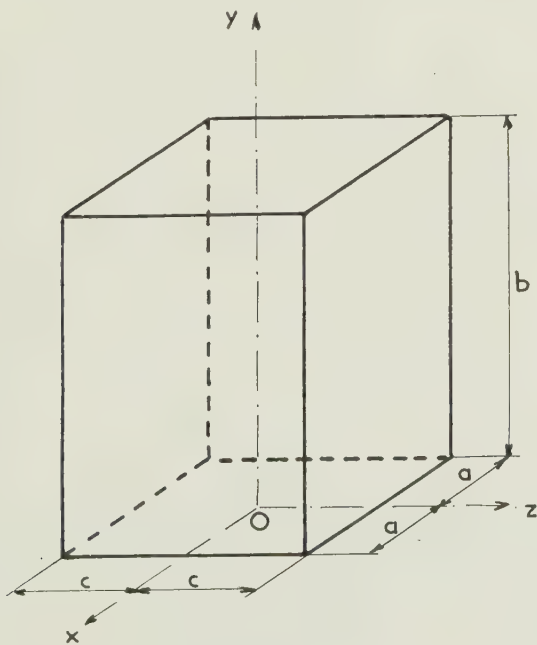


FIG. 2.

dans l'hypothèse d'un bloc parallélépipédique dont une face plane est regardée comme la face d'attaque soumise à une perturbation sinusoïdale et dont les autres faces sont maintenues à la température moyenne. Supposons en outre que ce bloc est indéfini dans l'une de ses dimensions parallèles à la face d'attaque.

Prenons pour axe Oy l'axe de symétrie de l'échantillon Ox perpendiculaire à Oy et perpendiculaire à la face latérale finie du parallélépipède (fig. 2). Avec [16] et [21] considérons l'expression (6) généralisée pour deux coordonnées et écrite sous la forme exponentielle :

$$U = (Ae^{px} + Be^{-px}) (Ce^{qy} + De^{-qy}) e^{i\omega t}$$

qui est de la forme  $P(x) Q(y) R(t)$  :

$$\frac{\partial U}{\partial t} = i\omega U$$

$$\frac{\partial^2 U}{\partial x^2} = p^2 U$$

$$\frac{\partial^2 U}{\partial y^2} = q^2 U$$

l'équation (4) entraîne :

$$\frac{i\omega}{D} = p^2 + q^2$$

Cette solution élémentaire U s'accommode de conditions aux limites assez générales du type de Fourier qui sont par exemple :

$$\left\{ \begin{array}{ll} \text{pour } x = \pm a & \frac{\partial U}{\partial x} = l U \\ y = 0 & \frac{\partial U}{\partial y} = f U \end{array} \right.$$

En effet pour  $x = \pm a$ ,  $Q(y) R(t)$  n'intervient pas et on a :

$$\left\{ \begin{array}{l} A(p-l)e^{pa} + B(-p-l)e^{-pa} = 0 \\ A(p-l)e^{-pa} + B(-p-l)e^{pa} = 0 \end{array} \right.$$

Les constantes A et B sont nulles sauf si :

$$e^{2pa} - e^{-2pa} = 0$$

$$p = k \frac{\pi}{2a} i \quad k \text{ entier arbitraire}$$

$$\frac{A}{(p+l)e^{-pa}} = \frac{B}{(p-l)e^{pa}} = \rho$$

$$P(x) \equiv \rho [(p+l)e^{p(x-a)} + (p-l)e^{p(a-x)}]$$

de même pour  $y = 0$ , on a :

$$C(q-f) + D(-q-f) = 0$$

$$Q(y) = \sigma [(q+f)e^{qy} + (q-f)e^{-qy}]$$

D'où :

$$U = U_0 \left[ \frac{k\pi}{2a} i \cos \frac{k\pi(x-a)}{2a} + l \sin \frac{k\pi(x-a)}{2a} \right] \\ \left[ (q+f)e^{qy} + (q-f)e^{-qy} \right] \exp i\omega t$$

$U_0$  est définie par les conditions à la limite  $y = b$  et :

$$q^2 = \frac{i\omega}{D} + k^2 \frac{\pi^2}{4a^2}$$

Mais les conditions aux limites de Fourier définies ci-dessus sont délicates d'application,  $l$  et  $f$  étant des coefficients mal connus; aussi nous bornerons-nous aux hypothèses énoncées plus haut,  $U = 0$  aux limites de l'échantillon :

$$f = l = \infty$$

$$U = U_0 \sin \frac{k\pi(x-a)}{2a} \operatorname{sh} qy e^{i\omega t}$$

Sur la droite  $y = b$  cette solution élémentaire se réduit à :

$$\sin \frac{k\pi(x-a)}{2a} e^{i\omega t}$$

à un facteur constant près. Si on se limite à des attaques symétriques par rapport à  $Oy$ , on prendra  $k$  impair. En particulier une fonction carrée est représentée sur l'intervalle  $-\pi, +\pi$  par :

$$\frac{4}{\pi} \left( \sin x + \frac{1}{3} \sin 3x + \dots \right)$$

d'où la solution :

$$\frac{4}{\pi} \sum_{k=1}^{k=\infty} \frac{1}{kshqb} \sin \frac{k\pi}{2a} (x-a) shqy e^{i\omega t} \quad (14)$$

où  $k$  est un entier impair et  $q$  est donnée par :

$$q^2 = i \frac{\omega}{D} + k^2 \frac{\pi^2}{4a^2} \quad (15)$$

Remarquons : a) que les considérations précédentes s'étendent à un parallélépipède droit quelconque de dimensions  $2a \times 2b \times 2c$ ; on trouve dans ce cas :

$$\frac{16}{\pi^2} \sum_{k=1}^{k=\infty} \sum_{k'=1}^{k'=\infty} \frac{1}{kk'shqb} \sin \frac{k\pi}{2a} (x-a) \sin \frac{k'\pi}{2c} (z-c) shqy e^{i\omega t}$$

$k$  et  $k'$  sont des entiers impairs :

$$q^2 = i \frac{\omega}{D} + k^2 \frac{\pi^2}{4a^2} + k'^2 \frac{\pi^2}{4c^2}$$

b) que dans le cas d'un parallélépipède droit indéfini comme ci-dessus on peut supposer :

$$f = \infty \quad \text{et} \quad f = 0$$

$Q(y)$  est déterminée dans les deux cas respectivement par :

$$e^{qy} + e^{-qy} \quad \text{et} \quad e^{qy} - e^{-qy}$$

C'est un cas particulier où l'analogie ébranlement thermique avec une onde, sonore par exemple, peut être poussée relativement loin. Selon que l'extrémité du tuyau est ouverte ou fermée, il y a réflexion avec ou sans changement de signe.

### Résultats numériques.

Grâce à l'obligeance du C. E. A. (département M. C. A.) nous avons pu faire effectuer des calculs numériques utilisant la formule (14). Ils avaient pour but de vérifier la condition (12) et également dans la mesure du possible d'élargir un peu la limite impérative fixée par cette dernière condition. Ils fournissent d'ailleurs des résultats plus complets, puisqu'ils rendent

compte de la variation d'amplitude (ou de phase) dans le voisinage de l'axe de symétrie (défaut d'alignement des soudures thermoélectriques).

De ces calculs nous avons extrait les résultats suivants :

fréquence 2 Hz  $\lambda = 2,714$  cm

instants  $t$  : 0 1/40 2/40 3/40 4/40 5/40 6/40 7/40 8/40 9/40 s  
 numérotés : 0 1 2 3 4 5 6 7 8 9  
 profondeurs  $y$  : 0,2 0,6 1,0 1,4 1,8 2,2 cm  
 distances à l'axe  $x$  : 0 0,2 0,6 cm

fréquence 0,5 Hz  $\lambda = 5,434$  cm

instants  $t$  : 0 1/6 2/6 3/6 4/6 5/6 s  
 numérotés : 0' 1' 2' 3' 4' 5'  
 profondeurs  $y$  : 0,2 0,6 1,0 1,4 1,8 2,2 cm  
 distances à l'axe  $x$  : 0 0,2 0,6 cm

Les calculs ont été effectués à partir des données suivantes :

D diffusivité de l'oxyde béryllium 1,175 environ à la température ordinaire ;  
 dimensions de l'échantillon : largeur 4 cm, longueur infinie, hauteur 8 cm ;  
 fréquences 0,5 et 2 Hz.

Les valeurs numériques sont données sans le facteur  $\frac{4}{\pi}$  de la formule (14) ;  
 leur ensemble couvre une demi-période seulement.

$$\lambda = 2,717$$

$$x = 0$$

| INST. | $y$       |           |           |           |           |           |
|-------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
|       | 0,2       | 0,6       | 1         | 1,4       | 1,8       | 2,2       |
| 0     | — 0,44252 | — 0,03534 | 0,05334   | 0,03161   | 0,00703   | — 0,00153 |
| 1     | — 0,48918 | — 0,09348 | 0,03274   | 0,03087   | 0,00996   | 0,00004   |
| 2     | — 0,48795 | — 0,14248 | 0,00895   | 0,02712   | 0,01191   | 0,00160   |
| 3     | — 0,43896 | — 0,17753 | — 0,01573 | 0,02071   | 0,01269   | 0,00300   |
| 4     | — 0,34700 | — 0,19520 | — 0,03886 | 0,01227   | 0,01223   | 0,00411   |
| 5     | — 0,22107 | — 0,19377 | — 0,05819 | 0,00263   | 0,01058   | 0,00482   |
| 6     | — 0,07351 | — 0,17337 | — 0,07182 | — 0,00727 | 0,00789   | 0,00505   |
| 7     | 0,08125   | — 0,13599 | — 0,07843 | — 0,01645 | 0,00442   | 0,00479   |
| 8     | 0,22806   | — 0,08531 | — 0,07735 | — 0,02402 | 0,00053   | 0,00407   |
| 9     | 0,35255   | — 0,02627 | — 0,06871 | — 0,02925 | — 0,00342 | 0,00294   |

$$\lambda = 2,1717$$

$$x = 0,2$$

| INST. | $y$       |           |           |           |           |           |
|-------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
|       | 0,2       | 0,6       | I         | I,4       | I,8       | 2,2       |
| 0     | — 0,44263 | — 0,03556 | 0,05318   | 0,03158   | 0,00708   | — 0,00148 |
| 1     | 0,48930   | — 0,09375 | 0,03253   | 0,03079   | 0,00997   | 0,00007   |
| 2     | 0,48807   | — 0,14276 | 0,00869   | 0,02699   | 0,01189   | 0,00162   |
| 3     | 0,43907   | — 0,17780 | — 0,01600 | 0,02054   | 0,01264   | 0,00301   |
| 4     | 0,34709   | — 0,19543 | — 0,03912 | 0,01208   | 0,01216   | 0,00410   |
| 5     | 0,22113   | — 0,19393 | — 0,05842 | 0,00244   | 0,01048   | 0,00479   |
| 6     | 0,07353   | — 0,17345 | — 0,07200 | — 0,00744 | 0,00778   | 0,00502   |
| 7     | 0,08127   | — 0,13600 | — 0,07852 | — 0,01659 | 0,00432   | 0,00475   |
| 8     | 0,22812   | — 0,08522 | — 0,07736 | — 0,02412 | 0,00044   | 0,00402   |
| 9     | 0,35263   | — 0,02611 | — 0,06863 | — 0,02928 | — 0,00349 | 0,00289   |

$$\lambda = 2,717$$

$$x = 0,6$$

| INST. | $y$       |           |           |           |           |         |
|-------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|---------|
|       | 0,2       | 0,6       | I         | I,4       | I,8       | 2,2     |
| 0     | — 0,44382 | — 0,03805 | 0,05132   | 0,03104   | 0,00731   | 0,00115 |
| 1     | — 0,49046 | — 0,09634 | 0,03029   | 0,02982   | 0,00994   | 0,00032 |
| 2     | — 0,48908 | — 0,14520 | 0,00629   | 0,02568   | 0,01160   | 0,00175 |
| 3     | — 0,43983 | — 0,17985 | — 0,01833 | 0,01903   | 0,01212   | 0,00302 |
| 4     | — 0,34753 | — 0,19689 | — 0,04115 | 0,01051   | 0,01145   | 0,00399 |
| 5     | — 0,22120 | — 0,19466 | — 0,05994 | 0,00097   | 0,00967   | 0,00456 |
| 6     | — 0,07323 | — 0,17337 | — 0,07287 | — 0,00868 | 0,00694   | 0,00470 |
| 7     | 0,08191   | — 0,13512 | — 0,07866 | — 0,01747 | 0,00353   | 0,00437 |
| 8     | 0,22904   | — 0,08364 | — 0,07675 | — 0,02455 | — 0,00023 | 0,00361 |
| 9     | 0,35374   | — 0,02397 | — 0,06733 | — 0,02923 | — 0,00390 | 0,00250 |

$$\lambda = 5,434$$

$$x = 0$$

| INST. | $y$       |           |           |           |           |           |
|-------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
|       | 0,2       | 0,6       | I         | I,4       | I,8       | 2,2       |
| 0'    | — 0,61131 | — 0,31487 | — 0,11847 | — 0,01323 | 0,02951   | 0,03765   |
| 1'    | — 0,59937 | — 0,39482 | — 0,21275 | — 0,08848 | — 0,01922 | 0,01124   |
| 2'    | — 0,42683 | — 0,36898 | — 0,25002 | — 0,14002 | — 0,06280 | — 0,01818 |
| 3'    | — 0,13992 | — 0,24427 | — 0,22030 | — 0,15404 | — 0,08955 | — 0,04273 |
| 4'    | 0,18448   | — 0,05411 | — 0,13155 | — 0,12679 | — 0,09231 | — 0,05593 |
| 5'    | 0,45945   | 0,15055   | — 0,00755 | — 0,06556 | — 0,07034 | — 0,05397 |

$$\lambda = 5,434$$

$$x = 0,2$$

| INST. | $y$       |           |           |           |           |           |
|-------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
|       | 0,2       | 0,6       | 1         | 1,4       | 1,8       | 2,2       |
| 0'    | — 0,61125 | — 0,31483 | — 0,11866 | — 0,01368 | 0,02896   | 0,03714   |
| 1'    | — 0,59905 | — 0,39412 | — 0,21216 | — 0,08825 | — 0,01931 | 0,01099   |
| 2'    | — 0,42634 | — 0,36781 | — 0,24881 | — 0,13918 | — 0,06240 | — 0,01811 |
| 3'    | — 0,13939 | — 0,24295 | — 0,21879 | — 0,15281 | — 0,08877 | — 0,04234 |
| 4'    | 0,18491   | — 0,05299 | — 0,13015 | — 0,12550 | — 0,09136 | — 0,05524 |
| 5'    | 0,45967   | — 0,15117 | — 0,00663 | — 0,06456 | — 0,06947 | — 0,05335 |

$$\lambda = 5,434$$

$$x = 0,6$$

| INST. | $y$       |           |           |           |           |           |
|-------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|-----------|
|       | 0,2       | 0,6       | 1         | 1,4       | 1,8       | 2,2       |
| 0'    | — 0,61011 | — 0,31322 | — 0,11918 | — 0,01667 | 0,02479   | 0,03317   |
| 1'    | — 0,59570 | — 0,38697 | — 0,20616 | — 0,08568 | — 0,01967 | 0,00915   |
| 2'    | — 0,42167 | — 0,35704 | — 0,23790 | — 0,13173 | — 0,05886 | — 0,01733 |
| 3'    | — 0,13466 | — 0,23144 | — 0,20589 | — 0,14248 | — 0,08228 | — 0,03916 |
| 4'    | 0,18844   | — 0,04383 | — 0,11872 | — 0,11505 | — 0,08365 | — 0,05050 |
| 5'    | 0,46105   | 0,15553   | 0,00027   | — 0,05680 | — 0,06261 | — 0,04830 |

Pour étudier l'erreur systématique introduite par les dimensions limitées de l'échantillon refroidi par sa surface latérale, nous avons calculé dans les deux cas étudiés fréquences 0,5 et 2 Hz les amplitudes et les phases dans le solide limité défini ci-dessus. Comparativement nous avons déterminé les mêmes grandeurs dans le solide semi-infini théorique.

Pour calculer le maximum d'amplitude et sa phase dans le solide fini, on remarquera que la formule (14) est une fonction sinusoïdale du temps en un point donné. Les amplitudes dans le bloc fini ont été multipliées par le facteur  $\frac{4}{\pi}$  pour être comparées aux amplitudes théoriques. Ceci revient à prendre pour unité l'amplitude maximum sur la face supérieure d'attaque.

Les amplitudes données représentent les rapports  $\theta_m/\theta_0$ . Les phases sont définies en degré d'arc par différence à partir de la sinusoïde d'excitation sur la face supérieure.

longueur d'onde  $\lambda = 5,434$ 

fréquence 0,5 Hz

| PROFONDEURS<br>(en cm) | BLOC FINI        |           | BLOC SEMI-INFINI |           |
|------------------------|------------------|-----------|------------------|-----------|
|                        | phase (en degré) | amplitude | phase (en degré) | amplitude |
| 0,2                    | — 12 52,5        | 0,7985    | — 13 14,9        | 0,7935    |
| 0,6                    | — 37 48,3        | 0,5074    | — 39 44,8        | 0,4997    |
| 1,0                    | — 61 43,8        | 0,3185    | — 66 14,7        | 0,3147    |
| 1,4                    | — 85 5,4         | 0,1969    | — 92 44,6        | 0,1982    |

longueur d'onde  $\lambda = 2,717$ 

fréquence 2 Hz

| PROFONDEURS<br>(en cm) | BLOC FINI        |           | BLOC SEMI-INFINI |           |
|------------------------|------------------|-----------|------------------|-----------|
|                        | phase (en degré) | amplitude | phase (en degré) | amplitude |
| 0,2                    | — 26 32,8        | 0,6298    | — 26 29,9        | 0,6294    |
| 0,6                    | — 79 40,0        | 0,2508    | — 79 29,7        | 0,2493    |
| 1,0                    | — 132 30,5       | 0,1005    | — 132 29,5       | 0,0988    |
| 1,4                    | — 184 45         | 0,0404    | — 185 29,3       | 0,0391    |

L'erreur systématique relative sur les amplitudes atteint donc les valeurs 0,006 et 0,008 pour les longueurs d'onde respectives 2,717 et 5,436, les soudures étant placées à 0,2 et 0,6 cm de la face d'attaque. Notons que les valeurs de  $\lambda$  dépassent la limite supérieure donnée par la formule (12).

Les résultats des calculs ci-dessus permettent également d'évaluer l'erreur systématique due au mauvais placement des soudures. Celles-ci doivent en principe se trouver sur l'axe de symétrie de l'échantillon. Leur localisation est observée au microscope (grossissement 50 fois). Cependant l'erreur entraînée par un déplacement est très faible, elle atteint 0,1 % environ pour un déplacement latéral de 2 mm

Nous l'avons essayé avec nos premiers dispositifs expérimentaux de mesurer cette variation. L'une des soudures thermoélectriques pouvait se déplacer dans sa rainure de logement à frottement doux. La comparaison avec les résultats ci-dessus est désastreuse. L'attaque thermique du matériau s'effectuait à l'aide d'une source lumineuse. L'occultation comme nous l'avons signalé produisait probablement des ébranlements thermiques non

uniformes sur toute la surface d'attaque. Il convient d'ajouter aussi que les fréquences utilisées étaient très basses, la longueur d'onde excédait largement cinq à six fois la limite supérieure calculée. Ces expériences pouvaient évidemment être reprises dans de meilleures conditions. Mais on peut opposer également un autre argument à cette détermination expérimentale, une soudure même filiforme coulissant à frottement doux possède un mauvais contact thermique avec l'échantillon. On ne peut pas attendre de bons résultats de cette expérience.

## ÉCRAN ET ANNEAU DE GARDE

Dans de nombreuses méthodes de détermination de la conductivité thermique, les auteurs ont utilisé des écrans ou des anneaux de garde pour éviter les fuites thermiques latérales et expérimenter sur des échantillons de dimensions limitées [10, 14, 17]. On supprime la conduction en évitant le contact de l'échantillon avec des masses conductrices thermiques. On évite la convection en plongeant l'échantillon dans le vide. L'écran ou l'anneau de garde ont pour but d'empêcher le rayonnement.

Examinons le bilan des pertes calorifiques entraînées par ces dispositifs. Les nombreux paramètres rendent ces calculs complexes ; nous avons utilisé des artifices permettant un calcul approché mais commode.

La paroi d'un écran ou d'un anneau de garde est en général parallèle à la surface latérale de l'échantillon. Pour simplifier les calculs, nous réduisons les deux parois se faisant face à deux portions de plans verticaux parallèles comprises entre deux plans horizontaux. Ces deux surfaces forment dans leur ensemble la surface latérale d'un parallélépipède droit indéfini horizontalement.

Soit  $\alpha\beta\delta\gamma$  le rectangle section droite verticale de ce parallélépipède (fig. 3),  $\alpha\beta$  étant la section droite de la surface de l'échantillon,  $\gamma\delta$  la section droite de l'écran ou anneau de garde.

Soit M un point de la surface de l'échantillon ; par hypothèse tous les points M situés sur une droite indéfinie du plan de la face et perpendiculaire à  $\alpha\beta$ , donc horizontale, sont à la même température. L'origine étant en  $\alpha$  si  $x$  est la cote de ce point M, soit  $A(x)$  la température en M. De même si N est un point de la surface de l'écran, B ( $y$ ) sa température ne dépend que de la cote  $y$ , origine en  $\gamma$ . L'écran et l'échantillon sont soumis aux mêmes températures d'extrémité :

$$A(\alpha) = B(\gamma)$$

$$A(\beta) = B(\delta)$$



ment de ces dernières est négligeable. Aussi adopterons-nous la deuxième hypothèse.

Soit  $x, u$  et  $y, v$  les coordonnées rectangulaires des points M et N, posons  $MN = r$ ,  $\omega$  désignant l'angle de MN avec la normale aux deux faces en regard. Soient  $e$  le coefficient d'émission ou d'absorption de la surface  $\alpha\beta$  du matériau,  $e'$  celui de l'anneau de garde  $\gamma\delta$ ,  $\rho$  et  $\rho'$  les coefficients de réflexion respectifs des deux plans. Nous supposons ces coefficients constants sur toute l'étendue des faces auxquelles ils sont relatifs. En outre, nous supposons que l'émission obéit à la loi de Lambert. L'élément ( $dx du$ ) autour du point M de la surface du matériau émet par rayonnement dans la direction de ( $dy dv$ ) autour du point N de la surface de l'anneau de garde une puissance élémentaire :

$$\frac{e}{\pi} A^4(x) dx du \frac{\cos^2 \omega}{r^2} dy dv$$

De même  $dx du$  reçoit de la part de  $dy dv$  :

$$e' \frac{e'}{\pi} dy dv \frac{\cos^2 \omega}{r^2} B^4(y) du dx$$

### 1<sup>re</sup> approximation.

Négligeons les réflexions sur les deux parois en présence. Le bilan des puissances rayonnée et reçue par l'échantillon au point M de la paroi  $\alpha\beta$  s'écrit :

$$\begin{aligned} \frac{e}{\pi} A^4(x) dx du \int_{-\infty}^{+\infty} dv \int_{-\infty}^{+\infty} \frac{\cos^2 \omega}{r^2} dy \\ - \frac{ee'}{\pi} dx du \int_{-\infty}^{+\infty} dv \int_{-\infty}^{+\infty} B^4(y) \frac{\cos^2 \omega}{r^2} dy \end{aligned}$$

Posons :

$$G_a |x - y| = \int_{-\infty}^{+\infty} dv \frac{\cos^2 \omega}{r^2}$$

on sait que :

$$\frac{\cos^2 \omega}{r^2} = \frac{a^2}{[a^2 + |x - y|^2 + |u - v|^2]^2}$$

$G_a |x - y|$  sera dit le facteur géométrique.

En particulier :

$$\int_{-\infty}^{+\infty} G_a |x - y| dy = \pi$$

car cette intégrale représente l'angle solide autour d'un point, limité par un plan passant par ce point, et projeté orthogonalement sur ce plan.

Le bilan par unité de surface s'écrit :

$$e A^4(x) = \frac{ee'}{\pi} \int_{-\infty}^{+\infty} G_a |x-y| B^4(y) dy$$

Posons :

$$U^4(x) = \int_{-\infty}^{+\infty} G_a |x-y| B^4(y) dy$$

on a :

$$A(x) = e'^{1/4} U(x)$$

$U(x)$  est une moyenne généralisée de  $B(y)$ , les coefficients de pondérations étant tous positifs. Il en résulte que si le diagramme  $B(y)$  présente des changements brusques de pentes, il n'en est certainement pas de même pour  $U(x)$  (fig. 4). Il en résulte que le bilan ne peut jamais être nul en tout

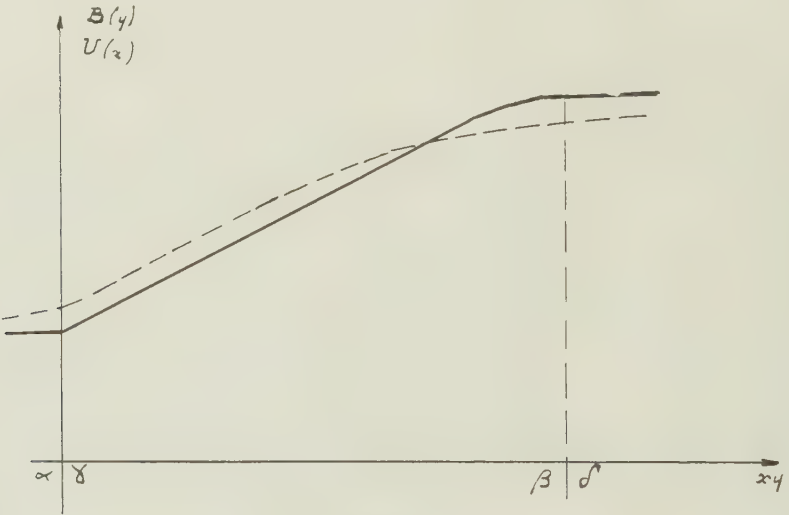


FIG. 4.

point M, quelle que soit d'ailleurs la répartition de température (dans les limites des hypothèses admises). En effet, en particulier au voisinage de la limite  $\beta$  la condition du bilan nul ne peut avoir lieu; on a :

$$U(x) < A(x) \quad (\text{puisque } A \neq B \text{ dans ce voisinage})$$

et non pas :

$$e' U^4(x) = A^4(x) \quad e' < 1$$

Les flux rayonné et reçu par la paroi de l'échantillon ne peuvent donc pas être égaux en tous les points. Certaines portions de  $\alpha\beta$  rayonnent plus qu'elles n'absorbent, l'inverse peut d'ailleurs se produire en d'autres points.

## 2<sup>e</sup> approximation.

En particulier si les distributions de température sont identiques sur les deux faces en regard  $A(x) = B(y)$  pour  $x = y$ , si de plus  $e'$  est voisin de l'unité,  $U(x)$  coupe la courbe  $A(x)$  en un point  $x_0$  au moins. Dans ce cas il est certain que la partie supérieure ( $\beta, x_0$ ) cède de la chaleur tandis que la partie inférieure ( $x_0, \alpha$ ) en absorbe.

Est-il possible d'annuler les échanges globaux d'énergie entre la partie supérieure  $x_0\beta$  et la partie inférieure  $\alpha x_0$ .

Le bilan global pour l'échantillon (partie  $\alpha\beta$ ) s'exprime par :

$$e \int_{\alpha}^{\beta} A^4(x) dx - \frac{ee'}{\pi} \int_{\alpha}^{\beta} dx \int_{-\infty}^{+\infty} G_a |x-y| B^4(y) dy = 0$$

ou en utilisant l'égalité  $A(x) = B(y)$  pour  $x = y$  et en modifiant les notations :

$$\int_{\gamma}^{\delta} B^4(y) dy - \frac{e'}{\pi} \int_{\gamma}^{\delta} dy \int_{-\infty}^{+\infty} G_a |x-y| A^4(x) dx = 0 \quad (16)$$

Écrivons le bilan du rayonnement pour l'anneau de garde, soit  $C(y)$  la quantité de chaleur cédée par l'anneau de garde à sa surface en  $dy$  (densité d'énergie) :

$$e' \int_{\gamma}^{\delta} B^4(y) dy - \frac{e'e}{\pi} \int_{\gamma}^{\delta} dy \int_{-\infty}^{+\infty} G_a |x-y| A^4(x) dx = 0 \int_{\gamma}^{\delta} C(y) dy$$

ou en posant :

$$I = \int_{\gamma}^{\delta} B^4(y) dy$$

$$J = \int_{\gamma}^{\delta} dy \int_{-\infty}^{+\infty} G_a |x-y| A^4(x) dx$$

$$e' I - e'e J = Q$$

mais d'après (16) :

$$I - e' J = 0$$

$$Q = e' (e' - e) J$$

- Si  $e' > e$   $Q > 0$ , il faut fournir de la chaleur à l'anneau de garde si son pouvoir émissif est supérieur à celui de l'échantillon ;  
 $e' = e$   $Q = 0$ , pas de chauffage d'appoint si les pouvoirs émissifs sont égaux.  
 $e' < e$   $Q < 0$ , il faut enlever de la chaleur à l'anneau de garde si son pouvoir émissif est inférieur à celui de l'échantillon.

### 3<sup>e</sup> approximation.

Dans les calculs qui précèdent nous avons négligé le pouvoir réflecteur. Cette hypothèse est plausible pour un anneau de garde ; dans le cas d'un écran où l'on recherche un pouvoir réflecteur élevé, elle est inadmissible.

Supposons que la paroi de la surface de l'écran soit parfaitement réfléchissante, c'est-à-dire :

$$e' = a' = 0 \quad \rho' = 1$$

Les coefficients  $e'$  et  $a'$  ne sont jamais rigoureusement nuls, mais ils peuvent être rendus très petits. Dans ce cas, la température de l'écran n'intervient pas, l'énergie rayonnée étant négligeable devant l'énergie réfléchie.

Pour étudier la paroi  $\alpha\beta$  en présence d'un réflecteur parfait, il faut considérer la réflexion optique du rayonnement électromagnétique ; il est donc équivalent de considérer  $\alpha\beta$  en présence de son image optique à travers le miroir plan  $\gamma\delta$  (fig. 5). Il revient donc au même d'étudier les échanges thermiques entre deux parois  $\alpha\beta$ ,  $\gamma'\delta'$  situées à une distance  $2a$ , et de même nature.

L'utilisation d'un écran est équivalente à celle d'un anneau de garde situé à une distance double. La dernière solution a d'ailleurs l'avantage d'une plus grande facilité pour la mise en place, la distance étant plus grande dans le cas où  $a$  est faible (fraction de millimètre).

Mais d'autre part aucun écran n'est parfait, son coefficient d'émission n'est donc pas nul ; aussi, si l'on désire réduire les pertes par rayonnement, on tâchera d'égaliser les températures dans les plans horizontaux :

$$A(x) = B(y) \quad \text{pour } x = y$$

Or, sur l'écran qui est d'un matériau différent de celui de l'échantillon, ce ne sont pas les températures d'extrémité en  $\gamma$  et  $\delta$  jointes à un flux calorifique imposé qui peuvent entretenir la même distribution de températures. Il est donc nécessaire d'utiliser encore un appoint de chaleur judicieusement réparti pour entretenir le même gradient.

Les considérations précédentes peuvent s'étendre au cas de perturbations thermiques entretenues et non plus seulement des régimes permanents.

Dans ce dernier cas, si l'on choisit des écrans de matériaux différents, la situation est aggravée, si l'on réalisait à la rigueur les conditions requises pour une bonne réflexion, on ne pourrait pas en général assurer la même propagation thermique, c'est-à-dire la même longueur d'onde.

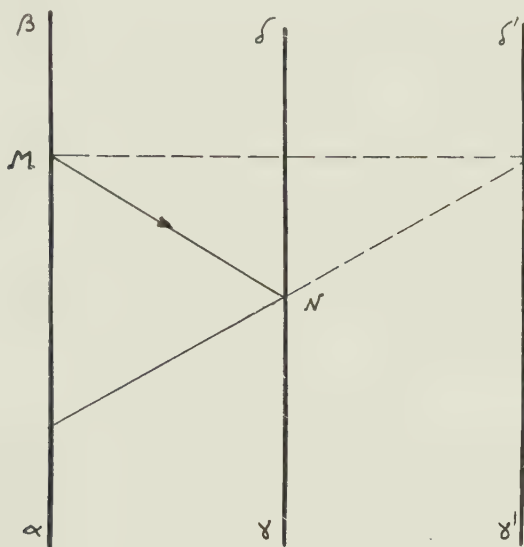


FIG. 5.

L'écran réalisé dans le même matériau que l'échantillon aplanit de nombreuses difficultés. Mais si cette condition est remplie, il n'est pas nécessaire d'espacer l'échantillon de l'écran. Le rayonnement oblique est diminué du fait de la réduction de l'espace libre, et le contact, s'il existe, n'est jamais parfait, les résistances thermiques de passage jouent un rôle favorable en diminuant la conduction. Ainsi se trouve légitimée la méthode que nous avons adoptée qui consiste à utiliser un échantillon épais, ce dernier jouant par lui-même la fonction d'anneau de garde, du moins dans le domaine de température où le rayonnement joue un rôle prépondérant dans les pertes thermiques latérales.

### PERTURBATIONS DUES AUX SOUDURES THERMOÉLECTRIQUES

Pour mesurer les effets thermiques dans l'échantillon, nous avons utilisé des soudures thermoélectriques. Ces soudures revêtent un profil filiforme,

les deux fils de natures différentes étant soudés bout à bout. En fait le régime thermique observé n'est pas celui de l'échantillon mais celui de la soudure en contact avec le matériau, donc perturbé par ce dernier. Cette disposition pose le problème suivant : étudier le régime thermique dans un cylindre indéfini entouré par un milieu également indéfini, soumis à un régime de perturbations thermiques sinusoïdales.

### Conditions aux limites. Discontinuités.

Dans le cas général de deux milieux en contact suivant une surface  $\sigma$  on peut établir des résultats simples relatifs aux discontinuités des isothermes.

Soit M un point de la surface  $\sigma$  et  $\nu$  la normale à la surface de séparation (fig. 6). En l'absence de source de chaleur, la quantité de chaleur transmise au voisinage de  $\sigma$  normalement à celle-ci dans le milieu 1 est égale à celle transmise dans le milieu 2, d'où :

$$K_1 \overrightarrow{\text{grad } \theta_1} \cdot \overrightarrow{\nu} = K_2 \overrightarrow{\text{grad } \theta_2} \cdot \overrightarrow{\nu}$$

les paramètres définis page 11 prenant l'indice du milieu auquel ils sont relatifs. Enfin les températures étant les mêmes de part et d'autre de  $\sigma$ , tout le long de cette surface, les projections orthogonales de  $\text{grad } \theta_1$  et  $\text{grad } \theta_2$  sur le plan tangent à  $\sigma$  en M sont identiques.

Si  $\varphi_1$  et  $\varphi_2$  sont les angles des gradients dans les deux milieux au voisinage de M avec la normale à  $\sigma$ , on a :

$$\begin{aligned} K_1 \text{grad } \theta_1 \cos \varphi_1 &= K_2 \text{grad } \theta_2 \cos \varphi_2 \\ \text{grad } \theta_1 \sin \varphi_1 &= \text{grad } \theta_2 \sin \varphi_2 \end{aligned}$$

d'où 
$$\frac{\text{tg } \varphi_1}{K_1} = \frac{\text{tg } \varphi_2}{K_2}$$

En passant d'un milieu 1 à un milieu 2 meilleur conducteur thermique, le gradient s'écarte de la normale à la surface de séparation.

Mais ces considérations sont insuffisantes pour rendre compte de la déformation des isothermes loin des discontinuités de milieux ; aussi avons-nous utilisé d'autres méthodes de calculs. Pour simplifier, on peut se placer dans une région limitée ; on peut alors supposer que le rayon du fil est très grand, on est dans le cas d'une discontinuité plane, le plan de l'attaque étant parallèle au plan de discontinuité. Ces hypothèses sont évidemment beaucoup trop restrictives, cependant la simplicité des résultats peut fournir des indications utiles.

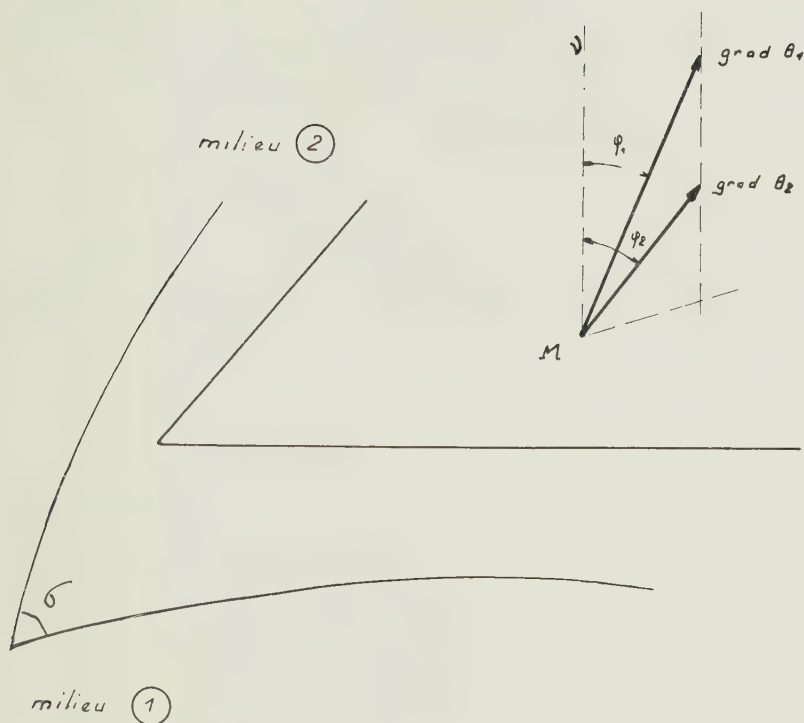


FIG. 6.

### Discontinuité et attaque thermique planes.

Le plan d'attaque thermique est supposé parallèle au plan de discontinuité. Dans ce qui suit, pour simplifier, nous adopterons l'expression « onde » pour désigner les perturbations thermiques périodiques.

Nous supposons que les deux milieux en contact 1 et 2 s'étendent à l'infini de part et d'autre d'un plan de discontinuité pris comme plan  $yo\bar{z}$ . L'équation du plan de discontinuité est donc  $x = 0$ . Soient  $\omega$  la pulsation des ondes thermiques sinusoïdales,  $D_1$  la diffusivité du milieu 1,  $\theta_1$  la température en un point de ce dernier,  $A_1$  l'amplitude au voisinage du plan de discontinuité dans le milieu 1 (fig. 7) :

$$\theta_1 = A_1 e^{-\alpha_1 x} \sin (\omega t - \alpha_1 x)$$

$$\alpha_1 = \sqrt{\frac{\omega}{2 D_1}}$$

Coefficient de diffusivité.

Dans le milieu 2 avec les mêmes notations,  $\varphi_2$  étant un angle de phase :

$$\theta_2 = A_2 e^{-\alpha_2 x} \sin(\omega t - \alpha_2 x + \varphi_2)$$

Les conditions aux limites s'écrivent en  $x = 0$  :

$$\begin{aligned} a) & \quad \theta_1 = \theta_2 \\ b) & \quad K_1 \text{ grad } \theta_1 = K_2 \text{ grad } \theta_2 \end{aligned}$$

$K_1$  et  $K_2$  étant les conductivités thermiques des deux milieux. On ne peut pas satisfaire à ces deux conditions en supposant que l'onde transmise est une onde simple amortie.

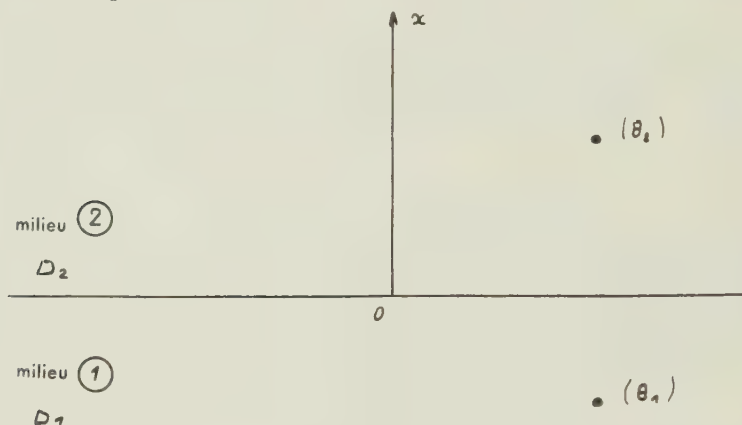


FIG. 7.

Il faut supposer que l'onde incidente ou transmise est accompagnée d'une onde réfléchie.

L'onde amortie réfléchie dans le milieu 2 ne possède aucune signification physique puisqu'elle conduirait à admettre que l'amplitude croît avec la distance au plan de discontinuité. Il faut supposer que l'onde thermique incidente seule subit une réflexion.

$$\begin{cases} \theta_1 = A_1 \exp -\alpha_1 x \sin(\omega t - \alpha_1 x) + B_1 \exp \alpha_1 x \sin(\omega t + \alpha_1 x + \varphi_1) \\ \theta_2 = A_2 \exp -\alpha_2 x \sin(\omega t - \alpha_2 x + \varphi_2) \end{cases}$$

$\varphi_1$  étant un angle de phase et  $B_1$  l'amplitude au voisinage du plan de discontinuité de l'onde réfléchie.

Nous utiliserons la représentation géométrique de Fresnel pour simplifier les calculs d'identification, conséquence des relations de continuité.

Soit  $\vec{A}_1, \vec{B}_1, \vec{A}_2$  des vecteurs tournants d'angles polaires respectifs  $\omega t - \alpha_1 x, \omega t + \alpha_1 x + \varphi_1$ , et  $\omega t - \alpha_2 x + \varphi_2$ .

Prenons pour  $x = 0$  :

$$\left\{ \begin{array}{l} a) \vec{A}_1 + \vec{B}_1 = \vec{A}_2 \\ b) \text{ soit } \vec{k} \wedge \text{ l'opérateur rotation de } +\frac{\pi}{2}, \text{ on a :} \end{array} \right.$$

$$K_1 \alpha_1 (-\vec{A}_1 - \vec{k} \wedge \vec{A}_1 + \vec{B}_1 + \vec{k} \wedge \vec{B}_1) = K_2 \alpha_2 (-\vec{A}_2 - \vec{k} \wedge \vec{A}_2)$$

Mais  $\vec{A}_1 + \vec{k} \wedge \vec{A}_1$  correspond au vecteur  $\vec{A}_1$  dans la similitude  $\left( O, \frac{\pi}{4}, \sqrt{2} \right)$ ,  $O$  étant l'origine ; d'où :

$$K_1 \alpha_1 (-\vec{A}_1 + \vec{B}_1) = K_2 \alpha_2 (-\vec{A}_2)$$

Les vecteurs  $\vec{A}_1, \vec{B}_1, \vec{A}_2$  sont donc portés par une même droite :  $\varphi_1 = \varphi_2 = 0$ . Comptons algébriquement les amplitudes :

$$\left\{ \begin{array}{l} B_1 = A_1 \frac{K_1 \alpha_1 - K_2 \alpha_2}{K_1 \alpha_1 + K_2 \alpha_2} \text{ onde réfléchie} \\ A_2 = A_1 \frac{2 K_1 \alpha_1}{K_1 \alpha_1 + K_2 \alpha_2} \text{ onde transmise} \end{array} \right.$$

Dans le cas où  $K_1 \alpha_1 < K_2 \alpha_2$  il s'introduit un décalage d'un demi-cycle entre l'onde incidente et l'onde réfléchie. La transmission est toujours assurée sans changement de phase, il n'en est pas de même pour la réflexion. Les amplitudes demeurent proportionnelles, le coefficient de proportionnalité dépend seulement des deux milieux en présence.

Nous pensons que ces propriétés pourraient permettre d'étudier une méthode de contact pour la détermination des diffusivités thermiques. L'échantillon possédant une seule face plane serait posé sur un ensemble générateur-dispositif d'observation des ondes thermiques. La présence de l'échantillon causerait à cet ensemble une perturbation dont l'observation permettrait de déduire la diffusivité cherchée. Cette méthode s'appliquerait aux matériaux conducteurs électriques. Elle demandera des dispositifs de détection thermique très sensibles.

### Discontinuité circulaire.

Nous supposons les milieux indéfinis, la discontinuité revêt la forme d'un cylindre de révolution (fil). Les isothermes sont par raison de symétrie des

surfaces cylindriques dont la directrice est parallèle à l'axe du fil. On peut couper la figure par un plan perpendiculaire à cette directrice, on est amené à résoudre un problème plan.

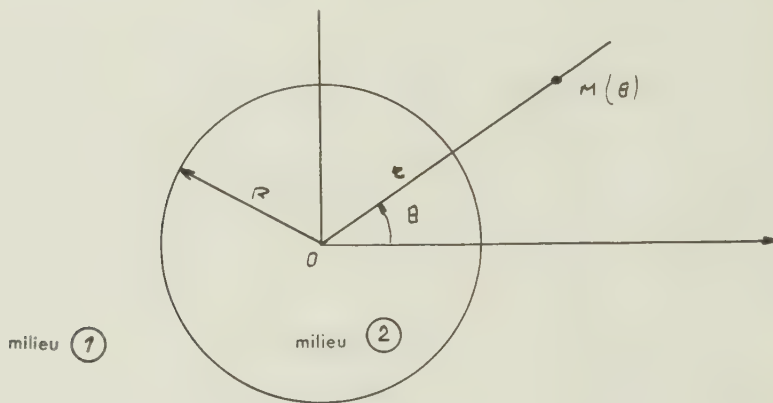


FIG. 8

Soit 1 le milieu extérieur, 2 l'intérieur du fil (fig. 8). Avec [21] cherchons une solution sinusoïdale de (4) sous la forme :

$$\theta = e^{i\omega t}$$

$$\text{d'où :} \quad \frac{i\omega}{D} \psi = \operatorname{div} \overrightarrow{\operatorname{grad}} \psi \quad (17)$$

On peut repérer les points du plan par leurs coordonnées polaires  $r, \theta$ , le pôle O étant situé sur l'axe du fil. La fonction  $(r, \theta)$  est alors une fonction périodique de  $\theta$ ; on peut la développer en série de Fourier :

$$\psi(r, \theta) = \sum_{n=-\infty}^{\infty} y_n(r) (A_n e^{in\theta} + A_{-n} e^{-in\theta})$$

les  $y_n(r)$  sont des fonctions complexes de la seule variable  $r$ ; elles satisfont à l'équation (17), d'où :

$$y_n''(r) + \frac{1}{r} y_n'(r) + \left( \frac{-i\omega}{D} - \frac{n^2}{r^2} \right) y_n(r) = 0$$

posons  $\rho^2 = -i \frac{\omega}{D} r^2$ , on obtient l'équation de Bessel :

$$y_n''(\rho) + \frac{1}{\rho} y_n'(\rho) + \left( 1 - \frac{n^2}{\rho^2} \right) y_n(\rho) = 0$$

Les fonctions  $y_n(\rho)$  sont donc des solutions de l'équation de Bessel d'ordre  $n$  entier.

La solution générale s'écrit :

$$y_n(\rho) = \alpha_n J_n(\rho) + \beta_n N_n(\rho)$$

$\alpha_n, \beta_n$  étant deux coefficients numériques,

$J_n$ , la fonction de Bessel }  
 $N_n$ , la fonction de Weber } d'ordre  $n$

Avec ces notations, on a :

$$\psi = \sum_{n=0}^{\infty} [\alpha_n J_n(\rho) + \beta_n N_n(\rho)] (A_n e^{in\theta} + A_{-n} e^{-in\theta}) \quad (18)$$

Cette fonction subit une discontinuité localisée sur le cercle de centre O de rayon R. En ces points :

$$\left\{ \begin{array}{l} a) \theta \text{ est continue, donc aussi } \psi \\ b) K \frac{\partial \theta}{\partial r} \text{ est continue, donc également à } K \frac{\partial \psi}{\partial r} \end{array} \right. \quad (19)$$

R étant le rayon du fil, posons :

$$\left\{ \begin{array}{l} R_1 = R \sqrt{-\frac{i\omega}{D_1}} \text{ dans l'échantillon} \\ R_2 = R \sqrt{-\frac{i\omega}{D_2}} \text{ dans le fil} \end{array} \right. \quad (20)$$

et soient  $\alpha_n, \beta_n, \alpha'_n$  et  $\beta'_n$  les constantes respectives des deux milieux.

On satisfait terme à terme aux relations (19), d'où :

$$\alpha_n J_n(R_1) + \beta_n N_n(R_1) = \alpha'_n J_n(R_2) + \beta'_n N_n(R_2)$$

$$\frac{K_1}{\sqrt{D_1}} [\alpha_n J'_n(R_1) + \beta_n N'_n(R_1)] = \frac{K_2}{\sqrt{D_2}} [\alpha'_n J'_n(R_2) + \beta'_n N'_n(R_2)]$$

où  $J'_n$  et  $N'_n$  désignent les dérivées de  $J_n$  et  $N_n$  prises par rapport à  $\rho$ . On

sait que :

$$J'_n = J_n \frac{n}{\rho} - J_{n+1}$$

Ces équations déterminent  $\alpha_n$  et  $\beta_n$  en fonction de  $\alpha'_n$  et  $\beta'_n$ . On sait [20] que :

$$J_n(z) = \left(\frac{z}{2}\right)^n \left[ \frac{1}{n!} - \frac{\left(\frac{z}{2}\right)^2}{1!(n+1)!} + \dots \right]$$

$$N_n(z) = 2 J_n(z) \left( L \frac{z}{2} + C \right) - \left(\frac{z}{2}\right)^{-n} \sum_{p=0}^{n-1} \frac{(n-p-1)!}{p!} \left(\frac{2}{z}\right)^{2p}$$

$$- \left(\frac{z}{2}\right)^n \sum_{p=0}^{\infty} \frac{(-1)^p \left(\frac{z}{2}\right)^{2p}}{p!(n+p)!} \left( \frac{1}{p+n} + \frac{1}{p+n-1} + \dots + 1 + \frac{1}{p} + \right.$$

$$\left. + \frac{1}{p-1} + \dots + 1 \right)$$

Le dernier crochet de  $N_n(z)$  s'écrivant  $\frac{1}{n} + \frac{1}{n-1} + \dots + 1$  pour  $p=0$ .

$C$  est la constante d'Euler ;  $C = 0,57721\dots$

$J_n(z)$  ne présente aucun point singulier à distance finie ; il n'en est pas de même pour  $N_n(z)$  pour laquelle l'origine est une singularité :

$$\text{équivalente} \begin{cases} \text{pour } n=0 & \text{à } \frac{2}{z} L \frac{z}{2} \\ \text{pour } n \geq 1 & \text{à } \frac{2^n (n-1)!}{\pi z^n} \end{cases}$$

Si l'on se déplace dans le fil (milieu  $z$ ), on ne rencontre aucune singularité physique : source, puits ... etc. ; il en résulte que la fonction de Weber ne peut pas figurer  $\beta'_n = 0$ . On peut alors déterminer  $\alpha_n \beta_n$  en fonction de  $\alpha'_n$ .

Si le produit  $R \sqrt{\frac{\omega}{D_1}}$  est faible,  $J_n(z)$  est un infiniment petit, de l'ordre de :

$$\frac{z_u}{2^n n!}$$

et  $N_n(z)$  est un infiniment grand, de l'ordre de :

$$\frac{2^n (n-1)!}{\pi z^n} \quad \text{dès que } n \geq 1$$

En première approximation, on a donc par (21) :

$$\left\{ \begin{array}{l} \alpha_n = (-1)^n \alpha'_n \frac{K_2}{K_1} \frac{2^{2n} (n!)^2 D_1^{\frac{n+2}{2}} D_2^{\frac{n}{2}}}{2 n R^{n+2} \omega^{2n+2}} \\ \beta_n = -\alpha'_n \frac{1}{2} \frac{K_2}{K_1} \left( \frac{D_2}{D_1} \right)^{\frac{n}{2}} \end{array} \right. \quad (22)$$

Dans le cas d'un échantillon d'oxyde de beryllium à la température normale :

$$K_1 = 0,6 \quad D_1 = \frac{0,6}{0,25 \cdot 3} = 0,8$$

Si les couples thermoélectriques sont formés de fils chromel-alumel,  $K_2 = 0,068$  pour l'alumel (le chromel est moins bon conducteur,  $K = 0,27$ ) :

$$D_2 = \frac{0,068}{0,13 \cdot 8} = 0,065$$

$$\frac{K_2}{2 K_1} = 0,057 \quad \frac{D_2}{D_1} = 0,081$$

il en résulte que pour  $n = 1$  on a déjà :

$$\frac{\beta_1}{\alpha'_1} = 0,016 \quad \frac{\alpha_1}{\alpha'_1} = \frac{2,16 \cdot 10^5}{\omega^4}$$

$\omega = \frac{2\pi}{T}$  et  $T$  varie de 1 à 100. Le coefficient  $\alpha_1$  a donc une valeur élevée devant celle de  $\beta_1$ .

Il en résulte plus généralement que  $\beta_n$  (fonction de Weber) est négligeable devant  $\alpha_n$  (fonction de Bessel). Or dès que l'on s'écarte de la discontinuité de milieu, donc aussi du fil, dans les fonctions de Weber les termes singuliers sont négligeables, les termes réguliers restent comparables (c'est-à-dire du même ordre) aux fonctions de Bessel proprement dites. Ce sont donc ces dernières qui ont les coefficients les plus importants qui sont prépondérantes.

Pour achever de déterminer la solution, remarquons que loin du fil la solution doit d'ailleurs tendre vers celle qui régit un ébranlement thermique sinusoïdal dans un matériau indéfini.

Cette solution (8) s'écrit (à un décalage de phase près) :

$$e^{-x \sqrt{\frac{\omega}{2D}}} \cos \left( \omega t - x \sqrt{\frac{\omega}{2D}} \right)$$

c'est la partie réelle de :

$$e^{-x\sqrt{\frac{\omega}{2D}} + i\left(\omega t - x\sqrt{\frac{\omega}{2D}}\right)}$$

posons  $x = r \cos \theta$ , l'exposant de l'exponentielle s'écrit :

$$\left[\frac{1+i}{2}\sqrt{\frac{\omega}{D}}r\cos\theta\right]^2 = ir^2\frac{\omega}{D}\cos^2\theta = -\rho^2\cos\theta$$

la fonction  $\psi$  s'écrit :

$$\psi = e^{-i\rho\cos\theta}$$

En développant cette expression au moyen des propriétés particulières aux fonctions de Bessel d'ordre entier liées à la fonction génératrice dues à Schomlich :

$$\psi = J_0(\rho) + 2\sum_{n=1}^{\infty}(-i)^n J_n(\rho)\cos n\theta$$

$$\text{ou} \quad \psi = J_0(\rho) + \sum_{n=1}^{\infty}(-i)^n J_n(\rho)(e^{ni\theta} + e^{-ni\theta})$$

dans cette solution :

$$\beta_n = 0 \quad \alpha_n A_n = \alpha_n A_{-n} = (-i)^n$$

C'est l'expression vers laquelle tend la solution (17) pour  $r$  croissant indéfiniment.

## CHAPITRE II

# APPAREILLAGE

### DISPOSITIF D'ATTAQUE THERMIQUE

#### Principe.

Le dispositif d'attaque thermique doit produire une variation périodique de température autour d'une valeur locale moyenne. Théoriquement, il serait judicieux de réaliser alternativement un réchauffement d'une section de l'échantillon par l'apport d'une énergie  $E$  pendant une demi-période, suivi d'un refroidissement par l'absorption de la même énergie  $E$  dans la demi-période suivante et dans la même section envisagée. La mise en œuvre de ce principe est pratiquement irréalisable. Son avantage aurait consisté essentiellement en un gradient thermique moyen nul au sein de l'échantillon. Notons cependant que certains auteurs ont préconisé à cet effet une circulation de fluide chaud et froid; par ce moyen malheureusement il est impossible d'obtenir ni des fréquences d'attaque élevée ni des températures moyennes supérieures à 400°.

Ce cas très particulier de réalisation, mis à part la méthode générale, consiste en un apport alternatif de calories dans une section bien définie de l'échantillon et en un écoulement moyen d'énergie thermique de part et d'autre de l'élément chauffant. Dans le cas du solide semi-infini réalisé dans nos essais, l'énergie thermique se dissipe sur une face du radiateur par conduction dans la masse du solide, sur l'autre simultanément par convection et rayonnement au contact de l'air ou par conduction au contact d'un autre solide. La convection et le rayonnement entrent en ligne de compte, en particulier lorsque l'apport de calories est réalisé sur une face au moyen d'une irradiation lumineuse alternative. Par contre seuls les phénomènes de conduction entrent en ligne de compte dans le cas du chauffage électrique par une feuille métallique prise entre deux solides semi-infinis.

### Chauffage par rayonnement.

L'énergie lumineuse paraît *a priori* particulièrement facile à mettre en œuvre pour créer des perturbations thermiques d'allures quelconques sur une face absorbante d'un solide.

Les essais effectués dans ce sens font appel à des sources à incandescence de 1 kW alimentées en régime permanent. Le filament bobiné en tungstène a une forme très ramassée. On en forme l'image sur une face dressée de l'échantillon. L'occultation alternative du flux lumineux est réalisé au moyen d'un disque fixé sur un axe rotatif. La forme géométrique de cet obturateur conditionne la variation en fonction du temps de la température de la face irradiée. On peut envisager, moyennant un certain nombre d'hypothèses sur la part qui revient à la transmission de chaleur par conduction, convection et rayonnement, de calculer théoriquement un profil de came pour obtenir *a priori* la forme d'attaque désirée. En pratique il s'avère plus commode d'opérer la taille du disque par approximations successives. Cette manière de résoudre le problème montre que s'il est bien possible de réaliser des variations presque parfaitement sinusoïdales (sans harmonique) de la température d'attaque, par contre, certaines formes particulières de la fonction sont pratiquement irréalisables.

Cependant les inconvénients majeurs de cette méthode résident ailleurs. Il est tout d'abord très difficile d'éclairer uniformément une surface étendue. Or, comme nous l'avons vu ci-dessus, une des conditions théoriques d'une mise en œuvre correcte de la mesure du coefficient  $D$  en régime variable nécessite une dimension de la plage d'attaque égale ou supérieure à la « longueur d'onde » thermique. D'ailleurs, dans le cas d'un flux lumineux de densité constante, la variation du coefficient d'absorption de la surface irradiée détruit l'homogénéité de température. Enfin, la méthode d'occultation est elle-même critiquable, puisqu'elle relève du principe d'un obturateur à rideau qui empêche chaque point de la face sensible de subir le même programme d'éclairement. Si ce dernier argument avait été seul en cause, il aurait été possible de tourner la difficulté par l'emploi de deux nicols : l'un fixe, l'autre tournant d'un mouvement uniforme. Les dispositifs optiques de toute manière ne sont pas suffisamment achromatiques pour permettre l'emploi d'une lumière blanche et les puissances mises en jeu par une lampe à incandescence sont trop faibles pour justifier la monochromatisation du faisceau.

### Chauffage par conduction.

Les résultats peu encourageants de la méthode précédente et ses possibilités très limitées d'amélioration nous ont incité à adopter un chauffage,

par une lame métallique résistante appliquée contre une face plane de l'échantillon. Une bande de platine de 0,02 à 0,01 mm d'épaisseur est un radiateur convenable, son inertie thermique est pratiquement nulle. Il est alimenté par des transformateurs dont les secondaires peuvent délivrer 300 A sous 7 V ou 50 A sous 3 V (fig. 9). Le courant primaire est programmé

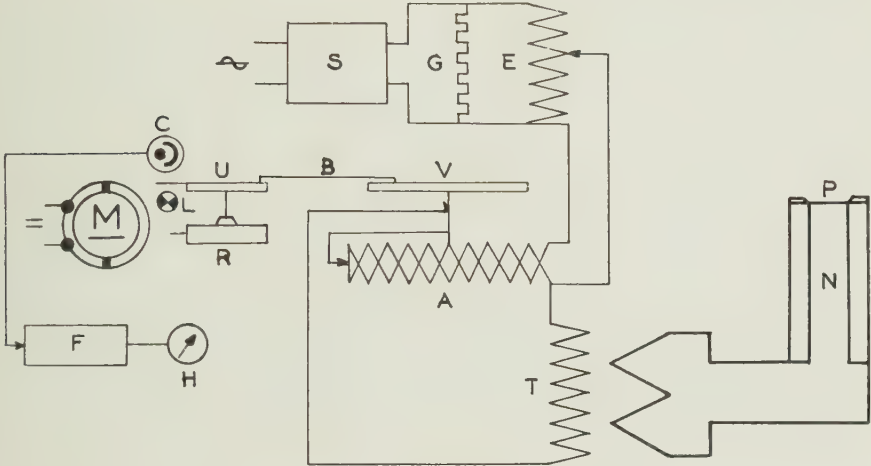


FIG. 9.

- |                                 |                                  |
|---------------------------------|----------------------------------|
| M moteur                        | A autotransformateur d'impulsion |
| R réducteur mécanique           | T transformateur de chauffage    |
| U manivelle                     | N amenées de courant             |
| B bielle                        | P ruban de platine               |
| V plateau                       | L lampe                          |
| S stabilisateur de tension      | C cellule                        |
| G charge ohmique                | F amplificateur                  |
| E autotransformateur de réglage | H chronoscope                    |

par un générateur à impulsion à fréquence variable. Les amenées de courant au ruban de platine, sont réalisées par des barres en acier réfractaire, capables de supporter à la fois de fortes intensités et des températures de 1 100°C, de manière à rendre possible les mesures du coefficient de diffusivité dans la gamme de température 30° à 1 100° sans autre accessoire qu'un four. On constate qu'une puissance de 400 W fournie à l'élément chauffant produit des effets thermiques très supérieurs à ceux obtenus dans la méthode précédente, avec une lampe à incandescence de 1 kW. La très faible inertie thermique est compatible avec des fréquences élevées, allant dans certains cas jusqu'à la rupture du matériau sous l'effet du choc thermique. Il est bien évident que, sauf étude très particulière, cet

effet n'est pas recherché et qu'au contraire on essaye de mettre en œuvre les puissances les plus basses, sans préjudice d'une bonne réponse des thermocouples. La détermination du coefficient  $D$  porte alors sur un écart de température très limité. L'analyse de la fonction  $D(t)$  est beaucoup plus précise. Cet avantage apparaît surtout quand on désire mettre en évidence des transformations structurales solide-solide ferromagnétiques ou ferroélectriques.

Pratiquement la mise en œuvre soit de cryostat, soit de four pour porter l'échantillon à la température moyenne de mesure nous a permis par cette méthode d'explorer systématiquement une gamme de température allant de  $-40^{\circ}$  à  $1100^{\circ}\text{C}$ . La précision de la mesure n'est évidemment pas la même dans tous les domaines de température.

Un soin tout particulier doit être apporté au mode de compression de la bande métallique chauffante sur le matériau étudié. Comme les considérations théoriques qui précèdent l'ont montré, l'homogénéité de température de la plage d'attaque sur une aire calculable *a priori* conditionne la valeur et la reproductibilité des résultats. Il semble donc que la technique de métallisation sous vide puisse trouver une application à notre problème. Le point délicat est l'arrivée du courant à la couche mince. Nous n'avons pas approfondi le côté technologique de cette solution.

## GÉNÉRATEUR D'IMPULSION

Ce dispositif a pour but de produire dans le matériau un effet thermique sinusoïdal représenté par la formule (8) ; on peut l'écrire sous la forme :

$$\theta = \frac{A}{\alpha\sqrt{2}} e^{-\alpha x} \sin \left( \omega t - \alpha x - \frac{3\pi}{4} \right)$$

Le flux calorifique instantané traversant la face d'attaque du matériau est donné par :

$$SK \frac{\partial \theta}{\partial x} \quad \text{pour } x = 0 \quad \text{soit } AKS \cos \omega t$$

les notations étant celles du chapitre I,  $S$  étant la surface de la face d'attaque. Mais le flux réel traversant la section  $x = 0$  ne peut pas devenir négatif, il varie de 0 à 2 AKS suivant la loi précédente, c'est-à-dire :

$$AKS (1 + \cos \omega t)$$

Appelons  $I$  l'intensité dans le ruban de platine de résistance ohmique  $R$ , on a :

$$RI^2 = AKS (1 + \cos \omega t)$$

$$I = \sqrt{\frac{SAK}{R} \left| \cos \frac{\omega t}{2} \right|}$$

Ce résultat est obtenu en alimentant le ruban de platine par un courant alternatif modulé sinusoïdalement en amplitude. Nous avons utilisé dans ce but deux appareils différents.

### Dispositif électromécanique.

Le ruban de platine est alimenté par un transformateur basse tension dont le primaire est relié au secteur par l'intermédiaire de plusieurs appareils (fig. 9) :

- a) un stabilisateur de tension chargé par une résistance ohmique,
- b) un autotransformateur à réglage manuel,
- c) le générateur d'impulsion proprement dit.

Ce dernier est constitué par un autotransformateur dont le curseur est entraîné mécaniquement par un système bielle-manivelle ; il commande les variations périodiques de la puissance fournie au ruban de platine. Le moteur d'entraînement de la bielle est un moteur à courant continu. Il permet un réglage de la vitesse de rotation tout en présentant une bonne stabilité de vitesse. Pour obtenir des fréquences d'impulsion variant entre 0,01 et 2 Hz, il est nécessaire d'utiliser plusieurs réducteurs à engrenages insérés entre l'axe du moteur et celui de la bielle.

Ce dispositif simple mais robuste a donné de bons résultats. Cependant les réducteurs mécaniques présentent des irrégularités de fonctionnement ; ceux-ci, joints aux variations de couple résistant dues au système bielle-manivelle, entraînent une instabilité de fréquence de 1,5 %. Il en résulte la même imprécision sur la détermination du coefficient de diffusivité thermique. C'est la raison qui nous a conduit à utiliser un générateur d'impulsion d'un principe différent.

### Dispositif électronique.

Un générateur très basse fréquence étalonné type CRC GB 64 impose la fréquence qui peut être choisie à volonté entre 0,005 et 500 Hz avec une stabilité de 5/1 000. La stabilité de l'amplitude du signal délivré est de 0,2 db. La puissance fournie étant faible (3/100 W environ), une amplification est nécessaire.

Pour amplifier facilement le signal, il est haché à l'aide d'une cellule photoélectrique à vide (fig. 10). Cette dernière est polarisée par le générateur très basse fréquence. Le flux lumineux tombant sur la cellule est interrompu par un disque à quatre pales entraîné par un moteur syn-

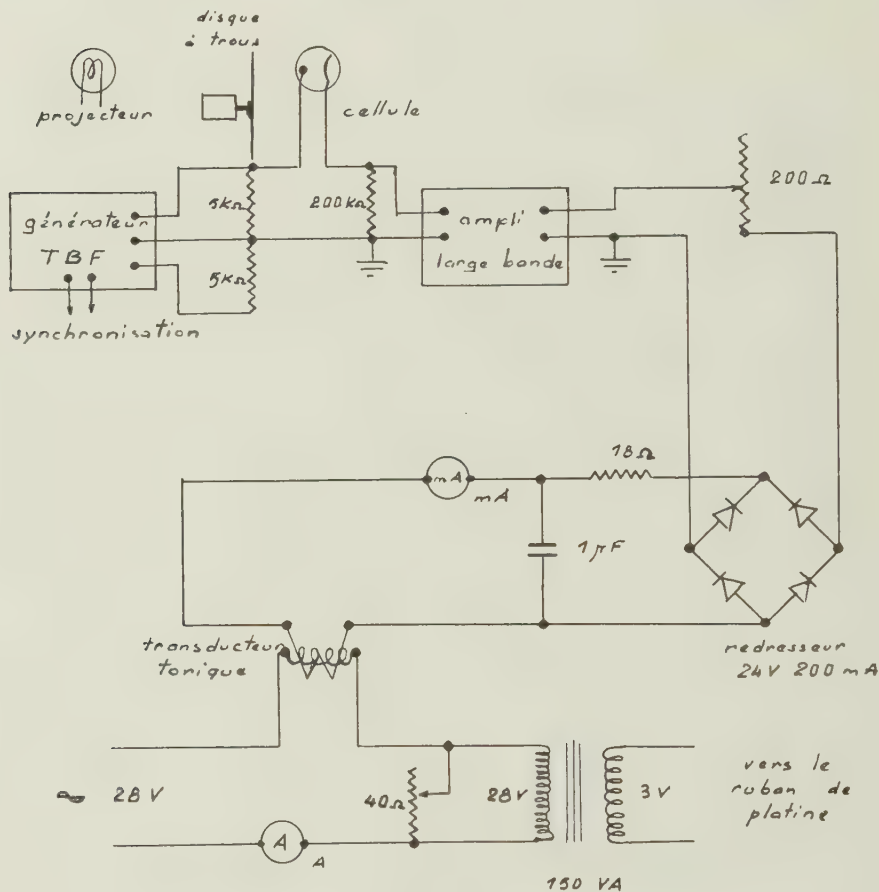


FIG. 10.

chrone 1 500 tr/mn. Aux bornes de la résistance de la cellule apparaît alors une tension de fréquence 100 Hz modulée par le signal très basse fréquence de polarisation.

Un premier étage d'amplification est constitué par un amplificateur à large bande à sortie cathodyne, il délivre 200 mA sous 15 à 20 V.

Un deuxième étage comprend un transducteur commandé par le courant

issu du premier étage après détection. Il fournit une puissance de 180 W (6 A sous 30 V) en courant alternatif 50 Hz. Il alimente directement le transformateur basse tension de chauffage du ruban de platine. La puissance absorbée par ce dernier est réglée par des résistances ohmiques en dérivation.

Éventuellement un troisième étage peut être constitué par un autre transducteur, si la puissance s'avère insuffisante pour l'alimentation du ruban. On atteint ici 2 KVA sous 220 V.

La puissance finale délivrée à la sortie du deuxième ou du troisième étage est indépendante dans une large mesure de la fréquence d'interruption du signal lumineux tombant sur la cellule.

La préamplification du signal très basse fréquence peut être effectuée en évitant l'utilisation d'une cellule photoélectrique par l'intermédiaire d'un oscillateur à transistor. Cet oscillateur bloqué entre en fonctionnement sous l'influence du signal pilote et fournit une tension de sortie sinusoïdale de fréquence 3 500 cycles/s environ. Ce signal, modulé par la tension d'entrée, est alors apte à l'amplification basse fréquence ci-dessus.

Un autre dispositif consiste à utiliser les oscillations de pompage d'un régulateur, c'est-à-dire un système auto-oscillant. L'application de ce principe a déjà été préconisé [9] et mis en œuvre [5]. Dans ces travaux l'auteur utilisait un thermostat à fluide présentant une inertie thermique élevée. En utilisant une partie des appareils amplificateurs précédents, on peut réaliser un dispositif analogue mais d'une inertie beaucoup plus réduite. Mais la liaison entre les couples thermoélectriques d'observation et le premier étage d'amplification demande une mise au point dont nous n'avons pas encore surmonté toutes les difficultés.

Le dispositif électronique que nous avons utilisé présente de gros avantages. La mise en régime d'un tel système est obtenue plus rapidement que celle d'un appareil électromécanique. On peut surtout modifier très rapidement la fréquence de fonctionnement dans de larges limites et le choix de cette dernière est plus précis. Enfin la stabilité de la fréquence est améliorée 0,5 % contre 1,5 %.

## ÉCHANTILLON

Il revêt la forme d'un parallélépipède droit à base carrée. Il est constitué par deux blocs parallélépipédiques égaux accolés par leur plus grande face dont le plan est perpendiculaire à la base. Cette dernière face carrée repose sur le ruban de platine, le plan d'assemblage des deux demi-échantillons est par construction un plan de symétrie. Il ne se produit donc aucun échange

thermique à travers cette surface dans le cas d'un matériau homogène. Cette circonstance favorable permet de disposer les couples thermoélectriques au sein de l'échantillon en pratiquant des rainures de logement sur la face d'assemblage de l'un des deux blocs. Ces rainures au nombre de quatre sont rectilignes et parallèles à la face d'attaque thermique (fig. 11). Elles reçoivent avant l'assemblage définitif quatre thermocouples dont les

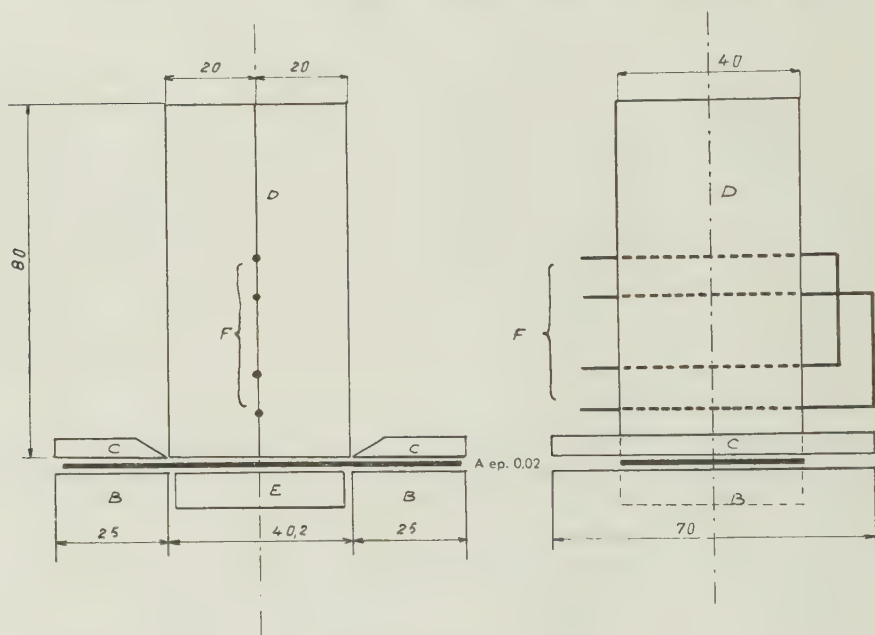


FIG. 11.

|                           |           |                             |           |
|---------------------------|-----------|-----------------------------|-----------|
| A ruban                   | platine   | E support isolant           | magnésie  |
| B amenées de courant      | nichral D | F couples thermoélectriques | { chromel |
| C brides                  | nichral D |                             | { alumel  |
| D échantillons (2 pièces) |           |                             |           |

fils soudés bout à bout sans solution de continuité remplissent ces cavités sans jeu. On est ainsi assuré qu'il existe un bon contact thermique entre les deux blocs et les fils de couple. Le tracé rectiligne des rainures facilite beaucoup la mise en place des fils qu'il suffit de mettre sous tension par des contrepoids au moment de l'assemblage.

Théoriquement deux couples suffisent pour l'observation des températures. Mais une telle disposition est difficilement utilisable. Les variations de température observées étant de l'ordre du degré, il est impossible d'obtenir une stabilité satisfaisante de la température des soudures de référence.

Il est plus commode de loger ces dernières au sein du bloc lui-même. Numérotions les quatre soudures dans l'ordre des distances croissantes à la face d'attaque ; 1 et 3, d'une part, 2 et 4, d'autre part, forment les deux ensembles de mesure. Par suite de l'existence d'un flux permanent de chaleur superposé au phénomène thermique périodique, les soudures 1 et 3 ou 2 et 4 ne sont pas maintenues à la même température moyenne. On élimine cette composante continue résiduelle au moyen d'un courant de compensation.

Par suite de la disposition des soudures de référence au cœur de l'échantillon, ces dernières peuvent être soumises elles aussi aux fluctuations périodiques de températures. Pour éviter cet inconvénient, la distance des soudures 2-3 est beaucoup plus importante que la distance des soudures 1-2. Enfin, précaution supplémentaire, les distances 1-2 et 3-4 sont égales, ce qui élimine complètement toute composante résiduelle périodique des soudures de référence. En effet utilisons la représentation de Fresnel ; les effets thermiques en deux points séparés par une distance  $d$  sont représentés par deux vecteurs tournants. D'après la formule (8) la similitude qui les fait correspondre dépend seulement de  $d$ . C'est le cas des vecteurs représentant les fluctuations de température en 1 et 2 ou 3 et 4. Or c'est la même relation de similitude qui lie les vecteurs représentant les effets thermiques différentiels 1-3 et 2-4.

Enfin les soudures d'observation étant disposées dans leur rainure respective, on aligne ces dernières dans l'axe de symétrie de la face afin de les tenir éloignées des faces latérales perturbatrices. Cette opération est effectuée avec l'aide d'une loupe binoculaire (grossissement 50). Il est également important de disposer semblablement les deux soudures 1 et 3 ou 2 et 4, c'est-à-dire que les brins de même nature des couples doivent se trouver d'un même côté de l'axe de symétrie de la face rainurée de l'échantillon. Sans cette précaution l'induction produite par le courant traversant le ruban de platine se trouve accrue par l'existence d'une boucle offrant une surface beaucoup plus importante aux lignes de forces. Il en résulte un déséquilibre prononcé de cette influence parasite qui perturbe les observations.

## COUPLES THERMOÉLECTRIQUES

### Dispositions des couples.

Chacun des quatre couples est constitué par une soudure de deux fils soudés bout à bout formant dans leur ensemble un cylindre unique. Il importe en effet d'éviter toute solution de continuité. Nous avons pensé réduire la difficulté d'exécution de cet assemblage en soudant deux fils préalablement torsadés. La tresse développée après la soudure permet

d'obtenir deux fils réunis par une boule de soudure volumineuse (rayon de la sphère égale au diamètre du fil). Le contact thermique soudure-matériau est assuré dans de bonnes conditions au détriment du contact fil-matériau. Les résultats obtenus sont mauvais car les deux contacts thermiques définis ci-dessus doivent jouer concurremment. On peut d'ailleurs effectuer à ce sujet l'expérience sommaire suivante : une soudure est connectée aux bornes d'un galvanomètre, on touche le fil avec le doigt lorsque ce dernier s'approche de la soudure, le galvanomètre dévie progressivement. Le mouvement de l'équipage n'est pas brutal et simultané du contact direct du doigt avec la soudure.

### **Choix des couples.**

La nécessité d'assurer un contact thermique intime fils soudés-matériau augmente l'importance du bon état de surface. Pour cette raison nous avons choisi les fils de Kanthal qui présentent peu de trace d'oxydation. Pour entretenir cet état de surface, il est indispensable aux températures supérieures à 200° C de plonger les couples dans une atmosphère neutre, azote par exemple. Cette nécessité s'est imposée de façon un peu fortuite. Nous pensions recuire les soudures avant leur utilisation. Cette opération conduite dans l'air vers 600° a complètement détérioré les fils de chromel et d'alumel en l'espace de quelques heures (diamètre 0,1 mm). De nombreuses expériences montrent par ailleurs que l'oxydation est nuisible à l'étalonnage des couples [8].

Nous avons utilisé des fils de natures assez diverses. Le diamètre en était toujours inférieur ou égal à 0,1 mm. Le couple platine rhodié-platine offre deux avantages : inoxydabilité et faible résistance (pour un diamètre fixé). La f. e. m. thermoélectrique est cependant peu élevée. Le couple chromel-alumel est celui que nous avons utilisé de préférence en raison de sa f. e. m. thermoélectrique importante.

### **Exécution des soudures.**

La réalisation des soudures bout à bout de fils fins demande des techniques particulières. Nous avons utilisé une méthode mise au point par le département D. M. C. A. du Centre d'Études Nucléaires de Saclay. Elle consiste à fermer le circuit d'un courant alternatif par l'intermédiaire d'une résistance ballast sur une torsade formée par les deux fils à assembler d'une part et un bain de mercure recouvert d'une couche d'huile d'autre part. La rupture du circuit est obtenue naturellement : au moment où l'arc s'allume, la pression des gaz déprime le mercure qui rompt le contact. L'opérateur amène donc simplement la torsade au contact du mercure et la retire au moment où il

perçoit le bruit de l'arc. La boule de soudure obtenue est très brillante, elle peut être rendue plus ou moins volumineuse en faisant varier la résistance ballast. Cependant cette sphère est toujours dissymétrique, elle est portée par le fil d'alumel, le fil de chromel moins fusible continue plus longtemps son mouvement hélicoïdal avant de disparaître dans la soudure. On peut déplier la torsade et aligner les axes des fils. Cependant il est difficile d'éviter la présence d'un renflement à la jonction obtenue par cette méthode.

Nous avons utilisé une autre méthode qui permet d'obtenir directement des fils assemblés bout à bout. Les opérations se déroulent sous l'objectif d'une loupe binoculaire d'un grossissement de 50 environ. La présentation et le maintien des deux fils sont obtenus : d'une part avec une pince fixe, d'autre part avec une pince mobile solidaire d'un micro-manipulateur de Fontbrunes.

L'énergie nécessaire à la soudure est fournie par une batterie de condensateurs. Il n'y a pas de métal d'apport, la soudure est autogène. La présentation correcte des deux fils a demandé de nombreux essais. Le forgeage ne peut être réalisé que par les fils eux-mêmes dans une poussée axiale. Les longueurs libres doivent être très faibles pour ne pas entraîner de flambage. Les longueurs dépassant les pinces ne doivent pas excéder une fraction de millimètre. La transmission pneumatique du micro-manipulateur joue un rôle favorable pour obtenir le forgeage. La forme de l'extrémité terminale des fils a également son importance ; il semble qu'une section plane droite permette un meilleur assemblage. Aucune pince coupante n'autorise ce travail ; les sections les plus nettes sont obtenues avec une bonne lame de rasoir en appuyant la génératrice du fil sur une plaque d'aluminium.

L'énergie nécessaire à la soudure varie avec les métaux ou alliages utilisés. Les soudures platine rhodié 10 %-platine sont obtenues par décharge de 6 à 8 microfarads sous 350 à 400 V. Les soudures chromel-alumel demandent 4 microfarads sous 160 à 180 V.

## CHAUFFAGE D'AMBIANCE

L'ensemble des conducteurs, du ruban de platine, de l'échantillon est entouré d'un four électrique tubulaire d'axe vertical, à résistance apparente ; sa puissance est de 3 kW, elle lui permet de maintenir une température de 1 000° C. L'épaisseur de calorifuge extérieur de ce four assez importante lui confère une inertie thermique favorable. Pour accroître l'homogénéité de la température à l'intérieur du four, l'espace libre est rempli de calorifuge : vermiculite dont la légèreté facilite la manipulation. La vidange pneumatique de cette cavité s'effectue très rapidement sans dommage pour les fils

de couples thermoélectriques. Le cloisonnement de l'air ambiant créé par ce calorifuge favorise également la conservation des fils de couples qui s'oxydéraient rapidement à l'air libre. Pour augmenter leur durée de service, l'ensemble est complété par une arrivée de gaz neutre (azote) d'un débit de 2 à 3 l/mn.

La présence de ce calorifuge évite aussi les fuites thermiques latérales de l'échantillon, Nous avons supposé dans le calcul de l'erreur systématique due à ces pertes que la surface latérale était maintenue à la température ambiante, c'était une hypothèse de calcul. Les fuites réelles sont donc plus réduites. D'ailleurs il est impossible de pratiquer des essais en atmosphère gazeuse sans calorifuge, le caractère troublé de la convection introduit des perturbations thermiques gênantes.

Enfin nous avons reconnu qu'il était indispensable de calorifuger les fils de couples sur tout leur parcours à la sortie du four. L'absence de cette précaution entraîne l'apparition de forces thermoélectriques qui prennent naissance même dans un fil réputé homogène comme un fil de chromel ou d'alumel. Ces forces thermoélectriques viennent perturber irrémédiablement l'observation des phénomènes périodiques étudiés.

La détermination des températures d'ambiance s'effectue avec un potentiomètre à réglage manuel. On utilise pour cela les soudures de couples les plus proches de la face d'attaque (numérotées 1 et 2). La moyenne des températures observées est retenue comme étant celle de l'échantillon.

## MESURES

Les déterminations de la diffusivité  $D$  résultent de calculs utilisant les formules (9) ou (10), c'est-à-dire finalement de trois mesures :

- a) amplitudes ou phases de deux phénomènes thermoélectriques périodiques,
- b) longueur séparant les deux couples de mesure 1 et 2,
- c) période de l'impulsion thermique.

Examinons séparément chacune de ces opérations.

### Mesures des températures.

Nous utilisons pour cette mesure les couples différentiels 1-3 ou 2-4 ; on est amené à l'observation des variations de deux forces électromotrices d'origine thermoélectrique.

Les difficultés de ces mesures résident dans les trois points suivants :

- a) faible amplitude des effets thermoélectriques,

b) rapidité de variation de cette f. e. m.,

c) existence d'une composante continue superposée.

En basse fréquence, jusqu'à 0,1 Hz, le potentiomètre automatique offre un avantage : les soudures thermoélectriques ne débitent qu'un courant infime, les résistances des couples n'interviennent donc pas. Mais la rapidité de réponse de ces potentiomètres est limitée. Leur temps d'équilibrage excède notablement leur temps de montée surtout lorsqu'il ne comporte pas de contre-réaction. Enfin leur sensibilité est limitée, les potentiomètres industriels ne dépassent pas 1 mV sur une échelle de 250 mm. Dans les hautes fréquences, au-dessus de 0,1 Hz, nous avons utilisé des galvanomètres à faible période (0,25 s). De tels appareils ont une sensibilité limitée. Pour augmenter cette dernière, nous avons porté l'échelle d'observation à 10 m du galvanomètre. La sensibilité en courant du galvanomètre atteint alors  $3,8 \cdot 10^{-9}$  A/mm. Ce dernier fonctionne dans un circuit de résistance totale extérieure de 80  $\Omega$ , la sensibilité en tension atteint 0,26  $\mu$ V/mm, soit 55  $\mu$ V/21 cm. La résistance des fils de couple ne peut malheureusement



FIG. 12.

A. Lampe à vapeur de mercure haute pression S. P. 500 Philips.

B. Miroir sphérique rayon de courbure 120 mm, ouverture 1/1.

C. Condenseur deux lentilles plans convexes  $f = 150$  mm.

D. Diaphragme fente à bords parallèles.

G1. Galvanomètre Kipp Micro-Moll 0,26  $\mu$ V/mm à 10 m.

S. Suiveur de spot photodyne Sefram largeur utile 210 mm.

ment pas être diminuée. La disposition d'un galvanomètre à 10 m de l'échelle d'observation oblige à utiliser une source lumineuse intense constituée par une lampe à vapeur de mercure haute pression (S. P. 500 Philips) (fig. 12).

Les oscillations du galvanomètre sont enregistrées par un suiveur de spot, c'est-à-dire un ensemble de deux cellules photoélectriques différentielles portées par un petit équipage à déplacement linéaire. Ce dernier est mû par un servomoteur dont le champ est entretenu par les courants de cellules amplifiés [11]. L'enregistrement des amplitudes thermiques permet d'apprécier la présence éventuelle des harmoniques de l'onde thermique et d'effectuer des corrections appropriées. Enfin cet appareil permet d'amplifier les mouvements de l'équipage galvanométrique en modifiant les paramètres de ce dernier. Le suiveur de spot est muni d'une dynamo tachymétrique et d'un potentiomètre. Il délivre ainsi des forces électromotrices proportionnelles respectivement à la vitesse et au déplacement du spot, donc du miroir du galvanomètre. En injectant ces courants dans le circuit de cet appareil, on peut changer ses caractéristiques. Ce dernier artifice demandait une nouvelle mise au point; le recul de l'échelle ayant beaucoup augmenté la sensibilité, nous n'avons pas affronté ces difficultés.

Le circuit du cadre du galvanomètre étant fermé sur les fils de couples, la résistance de ces derniers constitue la partie importante de la résistance totale du circuit. Pour ne pas introduire d'erreur sur le rapport d'amplitude des effets thermiques, il faut que les résistances des deux circuits soient égales. Cet équilibrage est réalisé en introduisant une résistance de réglage ( $10\ \Omega$  maximum) en série avec les couples. On s'assure que cette condition est satisfaite à l'aide d'un pont de Wheatstone (fig. 13) dont deux bras sont formés par les résistances à comparer, les deux autres bras comprenant des résistances étalons de  $100\ \Omega$ . Cet équilibrage doit d'ailleurs être repris lorsque la température ambiante du four est stabilisée à la valeur désirée, les variations de résistance des fils en fonction de la température pouvant présenter des inégalités (quelques dixièmes d'ohms).

Enfin, pour éliminer la composante continue superposée, nous opposons un courant de compensation à la f. e. m. parasite. On utilise une pile de 1,5 V en montage potentiométrique; la partie commune des circuits de la pile et du couple est constituée avantageusement par les résistances d'équilibrage mentionnées ci-dessus. Si le flux thermique permanent est élevé, ce courant de compensation peut être notable et excéder largement l'amplitude périodique. Dans les dernières expériences nous nous sommes efforcé de diminuer ce gradient; dans les essais de matériaux bons conducteurs on peut supprimer le courant de compensation en déplaçant préalablement le zéro du galvanomètre.

L'expérience montre que les courbes obtenues ne sont pas parfaitement

sinusoïdales, de nombreuses causes viennent perturber le signal d'excitation primitif. La résistance du ruban de platine peut varier au cours d'une période du signal si l'impulsion a un niveau trop élevé. La modulation n'est pas transmise linéairement à travers les étages d'amplification successifs. Le transducteur notamment que nous avons utilisé du type torique à deux circuits magnétiques n'a pas une réponse linéaire au voisinage de l'origine

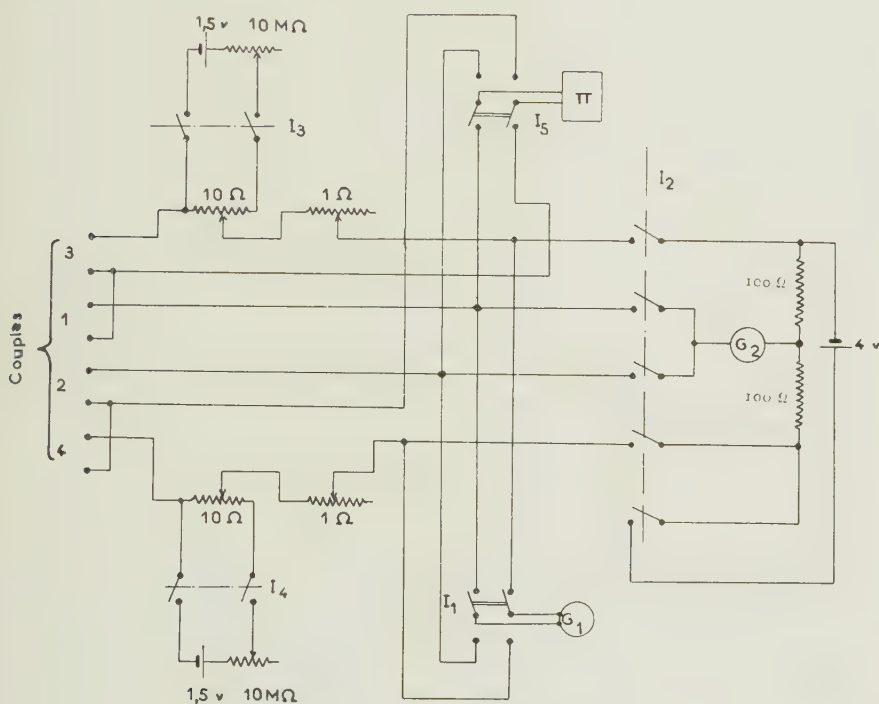


FIG. 13.

$G_1$  Galvanomètre de mesure des amplitudes.  
 $\Pi$  Potentiomètre de mesure des températures d'ambiance.

$G_2$  Galvanomètre du pont de Wheatstone.  
 $I_3, I_4$  Interrupteur des compensations.  
 $I_2$  Interrupteurs d'équilibrage.

(cet inconvénient serait écarté dans le montage pushpull). Enfin les résistances thermiques de passage jouent un rôle aléatoire défavorable. Le signal thermique périodique contient donc des harmoniques. Ceux-ci sont amortis par la propagation thermique et modifiés par la réponse de l'équipage galvanométrique. Examinons cette dernière cause de perturbation.

Appelons :  $\alpha$  la déviation de l'équipage,  
 $K$  son moment d'inertie,  
 $a$  son coefficient d'amortissement fluide,  
 $\mathcal{O}_0$  le flux traversant toutes les spires du cadre,  
 $R$  la résistance totale du circuit,  
 $\Gamma$  la constante du couple de rappel,  
 $u$  la f. e. m. appliquée,

l'équation des mouvements du galvanomètre s'écrit :

$$K \frac{d^2\alpha}{dt^2} + \left( \frac{\mathcal{O}_0^2}{R} + a \right) \frac{d\alpha}{dt} + \Gamma \alpha = \frac{\mathcal{O}_0 u}{R}$$

L'amplitude de la solution permanente s'écrit si :

$$u = U \sin \omega t \quad A = \frac{\mathcal{O}_0^2}{R} + a$$

$$\alpha_m = \frac{\mathcal{O}_0 U}{R \sqrt{A^2 + (\Gamma - K\omega^2)^2}}$$

Le déphasage est donné par :

$$\operatorname{tg} \psi = \frac{A \omega}{\Gamma - K \omega^2}$$

L'amplitude de la déviation est proportionnelle à l'excitation, le coefficient de proportionnalité varie avec la période. Le déphasage n'est pas fonction de l'amplitude mais seulement de la période. Il ne faut pas attendre de l'enregistrement de la déviation galvanométrique une image fidèle de la composition en harmoniques du signal observé. Au contraire, si la mesure est faite sur un rapport d'amplitude ou une différence de phase de la composante fondamentale, le résultat n'est pas affecté par la réponse du galvanomètre.

Dans les déterminations données ci-dessous dans le chapitre III nous n'avons pas utilisé la différence de phase (application de la formule (10)). L'observation de la différence de phase au moyen d'un galvanomètre et d'un suiveur de spot suppose en effet des enregistrements successifs et non simultanés. Mais la commutation des couples sur le galvanomètre et l'accrochage du spot par le suiveur ne peuvent pas être instantanées, ces opérations n'ont qu'une réussite aléatoire. On peut donc difficilement effectuer des comparaisons de phases fréquentes. D'autre part ces comparaisons supposent un déroulement uniforme du papier de l'enregistreur, condition qui n'est pas

réalisée avec une grande précision. Au contraire, dans la méthode du rapport des déviations, l'uniformité du déroulement n'intervient pas directement mais seulement pour la correction d'harmoniques.

### Mesure de longueur.

La mesure de longueur se réduit à la détermination de la distance séparant les rainures de logement des thermocouples. Elle est inséparable du procédé de traçage. Cet usinage devant être pratiqué sur des céramiques de dureté pouvant atteindre des valeurs élevées (cas de l'oxyde de béryllium), nous avons pensé utiliser des meules diamantées. Mais ces disques très minces soumis à des vitesses de l'ordre de 20 à 30 m/mn manifestent des vibrations latérales pendant l'usinage. Ce phénomène les rend inutilisables pour l'exécution de rainures fines.

Nous avons préféré utiliser des pointes à tracer en diamant ou en carbure de tungstène. Le parallélépipède échantillon est fixé sur le plateau d'une fraiseuse. La tête de celle-ci convenablement immobilisée reçoit la pointe à tracer. Le déplacement longitudinal du plateau de la fraiseuse permet l'espacement des rainures, seul le déplacement latéral est utilisé pour le tracé. Le déplacement vertical fixe la profondeur de passe. Les mouvements longitudinaux et verticaux sont repérés par des tambours gradués, l'espacement de deux divisions correspondant à  $2/100$  de millimètre. Mais en fait l'appréciation des déplacements est meilleure, l'intervalle entre deux divisions des tambours mesurant 1 mm et 2,5 mm respectivement pour les mouvements longitudinaux et verticaux. On peut donc estimer un déplacement de  $1/100$  de millimètre en rattrapant les jeux des engrenages. La vitesse linéaire de la pointe à tracer est très faible, aussi cette dernière est-elle rapidement détériorée. L'inconvénient est majeur pour les pointes diamantées; l'usage de pointes en carbure de tungstène permet de réaffûter plus facilement l'outil.

### Mesure de la période.

La fréquence étant faible (de 0,01 à 2 Hz), il est plus commode de mesurer la période. Avec le générateur d'impulsion électromécanique il suffit de mesurer la durée de rotation de la manivelle qui entraîne l'autotransformateur. Un cache solidaire de la manivelle occulte à chaque tour le faisceau lumineux tombant sur une cellule photoélectrique. Le courant de cellule commande la grille d'un thyatron lequel envoie une impulsion à chaque passage du cache dans le relais d'un chronoscope (fig. 14). Une impulsion met en marche la trotteuse qui est arrêtée par l'impulsion suivante. La

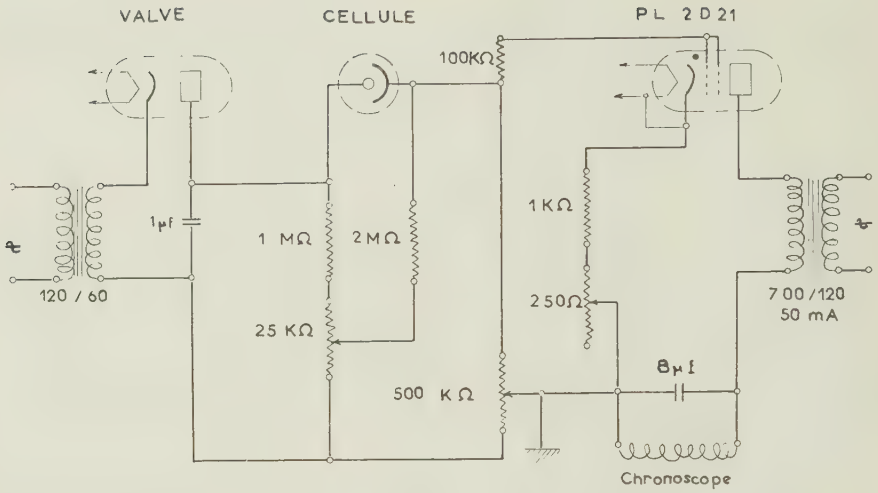


FIG. 14.

période est ainsi mesurée au 1/100 de seconde, la stabilité du générateur électromécanique limite cette précision à 1,5 %.

Ce dispositif nécessite des modifications pour son adaptation au générateur électronique. La cellule photoélectrique devient inutilisable puisqu'il n'y a plus de pièce en mouvement. D'autre part l'alimentation du thyatron

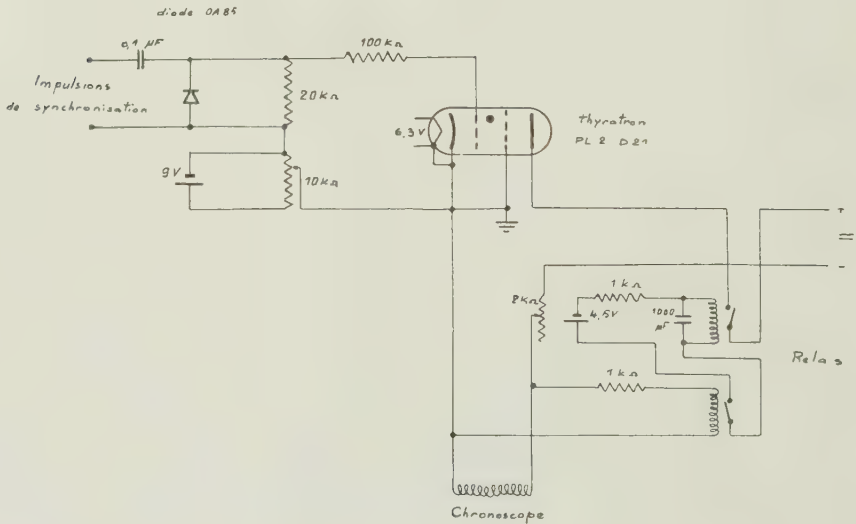


FIG. 15.

par le secteur alternatif introduit un retard au déblocage qui peut atteindre une demi-période (soit 0,02 s). Aussi avons-nous mis au point un autre appareil (fig. 15). Le déblocage du thyatron est assuré par l'impulsion de synchronisation délivrée par le générateur pilote T. B. F. Le tube à gaz est alimenté par une source continue à 120 V pour assurer son déblocage précis et immédiat. Il est rebloqué par un ensemble de deux relais. Le premier, n'absorbant qu'un courant très faible, est commandé par le tube à gaz en parallèle avec la bobine du chronoscope. Il coupe l'alimentation d'un second relais qui entraîne l'ouverture du circuit d'alimentation 120 V. Ce dernier relais est convenablement shunté par un condensateur pour permettre d'alimenter un temps suffisant le chronoscope.

# CHAPITRE III

## APPLICATIONS

### OXYDE DE BÉRYLLIUM

#### Origine.

Ces échantillons appartiennent au Commissariat à l'Énergie Atomique, Centre d'Études Nucléaires de Saclay. Ils sont extraits de briques parallélépipédiques à base carrée dont les dimensions sont de  $100 \times 100 \times 50$  mm. Ces briques sont obtenues par frittage sous charge [26] et [27]. Leur densité apparente varie suivant les échantillons de 2,95 à 3,00 g/cm<sup>3</sup>.

Les dimensions des échantillons en expérience sont de  $40 \times 40 \times 80$  mm, les surfaces rectifiées sont parfaitement planes à 0,02 mm près. Les quatre soudures thermoélectriques d'observation sont placées aux distances suivantes de la face d'attaque : 2, 6, 26, 30 mm.

#### Résultats numériques.

Nous avons calculé le coefficient de diffusivité au moyen de la formule (9). Les mesures de température ont été obtenues avec des fils de couple d'un diamètre variant entre 0,08 et 0,10 mm. La nature de ces fils est indiquée en tête des tableaux correspondants.

#### *Couples chromel-alumel.*

| Température<br>en °C | Déviation<br>en mm |      | Période<br>en s | Diffusivité<br>en cm <sup>2</sup> /s |
|----------------------|--------------------|------|-----------------|--------------------------------------|
| 20                   | 24                 | 15   | 2,08            | 1,175                                |
| 25                   | 5                  | 3    | 1,4             | 1,004                                |
| 35                   | 22,5               | 14   | 2,08            | 0,996                                |
| 39                   | 43,5               | 29   | 3,07            | 1,039                                |
| 42                   | 27                 | 16,5 | 2,07            | 0,996                                |
| 49                   | 41,5               | 30   | 5,08            | 0,940                                |
| 51                   | 33                 | 20   | 2,07            | 0,917                                |
| 54                   | 9,5                | 5    | 1,39            | 0,878                                |
| 78                   | 42                 | 24   | 2,07            | 0,772                                |
| 106                  | 37                 | 18   | 1,52            | 0,625                                |
| 580                  | 66                 | 35   | 11,35           | 0,111                                |
| 625                  | 30                 | 13   | 6,74            | 0,107                                |
| 647                  | 31                 | 16   | 11,80           | 0,0951                               |

| Température<br>en °C | Déviation<br>en mm |      | Période<br>en s | Diffusivité<br>en cm <sup>2</sup> /s |
|----------------------|--------------------|------|-----------------|--------------------------------------|
| 700                  | 52                 | 26,5 | 11,60           | 0,0940                               |
| 845                  | 55                 | 28,5 | 16,37           | 0,0701                               |
| 957                  | 42                 | 18   | 11,47           | 0,0636                               |
| 979                  | 39,5               | 17   | 12,46           | 0,0568                               |

*Couples chromel-constantan.*

|     |       |       |       |       |
|-----|-------|-------|-------|-------|
| 210 | 64,75 | 46,75 | 15,9  | 0,298 |
| 300 | 94,25 | 54,25 | 8,10  | 0,203 |
| 385 | 62,25 | 25    | 3,94  | 0,153 |
| 530 | 103   | 57,75 | 13,63 | 0,110 |

*Couples platine rhodié-platine.*

|     |       |      |       |        |
|-----|-------|------|-------|--------|
| 250 | 8     | 5,25 | 8,88  | 0,319  |
| 535 | 12,25 | 7    | 11,17 | 0,144  |
| 565 | 8,25  | 4,25 | 10,84 | 0,105  |
| 616 | 10,0  | 5,25 | 10,50 | 0,115  |
| 753 | 9,5   | 4    | 10,60 | 0,0633 |
| 841 | 11,5  | 5,25 | 10    | 0,0818 |
| 889 | 13,25 | 5,75 | 10,37 | 0,0696 |
| 985 | 17,25 | 7    | 10,74 | 0,0575 |

Ces derniers résultats obtenus avec des couples platine rhodié-platine sont donnés à titre de comparaison ; ils sont moins précis comparativement aux précédents, les amplitudes des déviations galvanométriques étant considérablement réduites.

Dans ces résultats (fig. 16) nous n'avons pas tenu compte de la dilatation de l'échantillon. L'erreur qui en résulte est relativement faible, d'après [29], [30] et [31] entre 0 et 1 000°C le coefficient de dilatation de BeO fritté est de  $9 \cdot 10^{-6}$ , soit donc une majoration de 2 % sur D à 1 000°C.

Nous avons comparé ces résultats avec ceux publiés par d'autres auteurs. Mais il n'existe que très peu de déterminations obtenues directement par la mesure de D. Les déterminations les plus courantes concernent le coefficient de conductivité thermique K (début du chapitre I). La conversion en diffusivité fait intervenir la densité que nous possédons [29], et des mesures de chaleur spécifique beaucoup moins connues. Ces dernières, puisées dans la littérature, n'ont pas été effectuées sur les mêmes échantillons, voir peut-être sur des matériaux obtenus par des procédés différents [30] et [32].

Ces réserves faites, il apparaît une divergence sensible en valeur absolue, comme en variation en fonction de la température, avec les résultats obtenus par d'autres auteurs [13]. La différence est surtout sensible vers 750°C où elle atteint — 26 % ; elle change de signe à 500°C, elle devient positive à la température ordinaire. Dans ce dernier domaine nos résultats sont cependant plus proches des déterminations effectuées sur un matériau de même origine [29].

Malgré toutes les précautions prises, ces céramiques ne sont pas rigoureusement homogènes pour plusieurs raisons, répartition des pressions et des températures au moment du frittage, etc. Il est évident que les paramètres

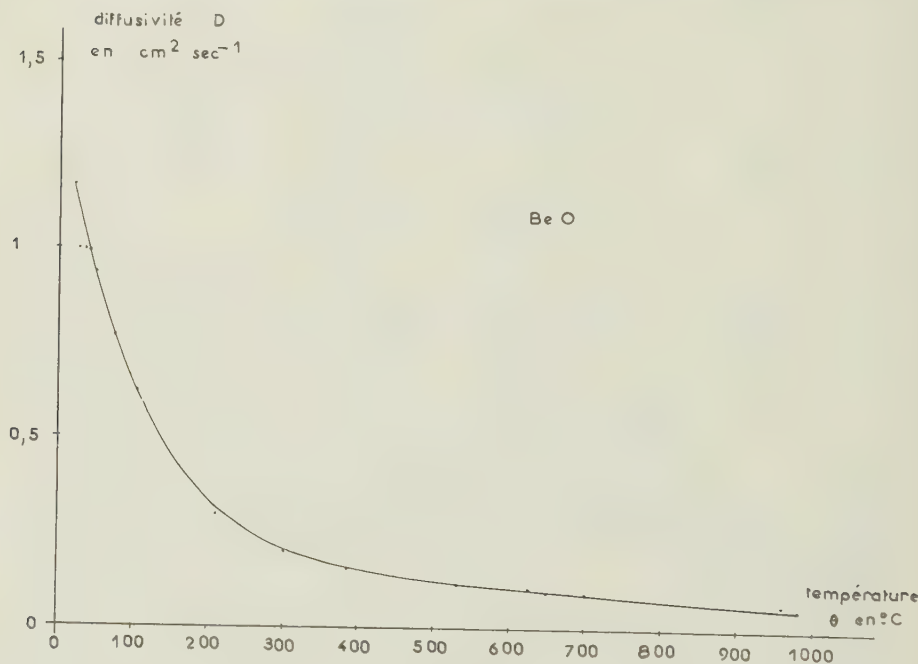


FIG. 10.

thermiques admettent une famille de surfaces de niveau incluant la surface extérieure de la brique. Le prélèvement d'échantillons dans la brique doit, pour être correcte, respecter ces particularités. Les deux demi-blocs formant un échantillon doivent donc provenir de deux régions très voisines, leur disposition étant celle d'origine. Ces précautions n'ont pas été observées dans nos premiers essais. Elles l'ont été dans l'usinage de l'échantillon qui a servi à l'étude de la variation de  $D$  en fonction de la fréquence (voir plus bas).

#### Erreur sur les mesures de diffusivité.

D'après la formule (9) :

$$D = \frac{\omega (x_2 - x_1)^2}{2 (L \theta_2 - L \theta_1)^2}$$

Calculons l'erreur commise dans ces déterminations. Nous utilisons la méthode des différentielles :

$$\frac{dD}{D} = 2 \frac{d(x_2 - x_1)}{x_2 - x_1} + \frac{d\omega}{\omega} - \left( \frac{d\theta_2}{\theta_2} - \frac{d\theta_1}{\theta_1} \right) \frac{2}{L\theta_2 - L\theta_1}$$

soit  $\Delta$  le symbole des erreurs :

$$\frac{\Delta D}{D} = 2 \frac{\Delta(x_2 - x_1)}{x_2 - x_1} + \frac{\Delta\omega}{\omega} + \left( \frac{\Delta\theta_2}{\theta_2} + \frac{\Delta\theta_1}{\theta_1} \right) \frac{2}{|L\theta_2 - L\theta_1|} \quad (23)$$

L'erreur absolue sur la mesure des longueurs atteint 0,001 cm pour  $x_2 - x_1 = 0,4$  cm :  $\frac{\Delta(x_2 - x_1)}{x_2 - x_1} = 0,005$ .

L'erreur sur la mesure de la période atteint 0,01 s. Mais la stabilité du générateur d'impulsion à entraînement mécanique est moins précise, elle atteint 1,5 %.

L'erreur commise sur la mesure des déviations varie de 2,5 à 6 % suivant les valeurs de D mesurées.

L'erreur relative totale sur la mesure absolue de D varie donc de 4,5 à 8 %. L'erreur la plus élevée étant commise sur les grandes valeurs de D (température ordinaire).

Si les mesures ne visent qu'à mettre en évidence une variation de D, l'erreur de mesure des longueurs n'intervient pas, l'erreur totale s'abaisse à l'intervalle 4 à 7,5 %.

### Choix des fréquences.

Le coefficient de diffusivité thermique de l'oxyde de béryllium varie avec la température. Sa décroissance rapide entraîne la diminution de l'amplitude thermique, si toutefois l'effet thermique sur la face d'attaque conserve une valeur constante. Il en résulte un accroissement de l'erreur relative sur la mesure des déviations, c'est-à-dire des fluctuations des températures. Par ailleurs l'augmentation de la période entraîne une variation de même sens de l'amplitude thermique ; pour compenser la diminution de la déviation, on augmente la période. La condition relative à la longueur d'onde pour prévenir l'influence des bords est respecté si le décrément dans la formule (8)

conserve une valeur constante car  $\lambda = 2\pi \sqrt{\frac{2D}{\omega}}$  ne varie pas. Mais la puissance transmise par la face d'attaque diminue lorsque la période aug-

mente. En effet le flux calorifique instantané par unité de surface est  $K \frac{\partial \theta}{\partial x}$ ; en tenant compte de (8) et, d'autre part, du fait que la température évolue entre la température ambiante du four et la valeur de crête (double de l'amplitude), la valeur maxima de cette expression est :

$$c_p \sqrt{\omega D} \theta_0 = \frac{\pi \omega \sqrt{2}}{\lambda} \theta_0 \quad \text{au point } x = 0$$

Il faut donc adapter la puissance d'attaque à la diffusivité mesurée. La fréquence des impulsions a seulement une limite inférieure imposée par la valeur de D mesurée.

Mais un autre phénomène limite encore le choix de ces deux paramètres : quand la puissance thermique pulsante croît, le gradient permanent superposé augmente simultanément.

Enfin la variation de la fréquence pose un problème : le coefficient de diffusivité D mesuré est-il fonction de la fréquence des impulsions thermiques ? Nous pensons qu'il est raisonnable de supposer qu'une forte variation de fréquence doit entraîner une modification de D. Nous avons essayé de vérifier expérimentalement ce dernier point. Les difficultés rencontrées dans ces expériences résident dans la variation rapide de l'effet thermique, donc des déviations observées, avec la fréquence. Il en résulte une grande variation de l'erreur expérimentale. Une autre difficulté est la grande étendue de la variation de fréquence ; cette question est résolue de façon satisfaisante par le générateur électronique. Mais nous n'avons pas pu l'employer encore dans les mesures appliquées à l'oxyde de béryllium. Les résultats suivants ont été obtenus avec le générateur d'impulsion mécanique.

Nous nous sommes placé à une température telle que la diffusivité D ait une valeur suffisamment faible pour que nous puissions pratiquer des mesures à des périodes longues sans dépasser la limite inférieure au-dessous de laquelle l'influence des bords n'est plus négligeable. Nous n'avons pas réussi à maintenir une température rigoureusement constante. L'échantillon d'une forme parallélépipédique dont les dimensions sont de  $40 \times 40 \times 100$  mm avait été prélevé dans une brique de manière que les deux moitiés en regard correspondent à leur disposition naturelle.

Les rainures ont été exécutées volontairement au voisinage d'une face de la surface latérale de la brique origine ; elles étaient disposées aux distances suivantes de la face d'attaque : 1,5, 5, 21,5, 25 mm. Le galvanomètre était placé à 10 m du suiveur de spot, la sensibilité du dispositif d'observation était donc maximum. La puissance dissipée dans le platine était de 120 W, le gradient de température de 7 à 9° sur 3,5 mm.

| Température<br>en ° C | Déviatiôn<br>en mm | Période<br>en s | D<br>en cm <sup>2</sup> /s |
|-----------------------|--------------------|-----------------|----------------------------|
| 533,5                 | 161 75             | 4,08            | 0,162                      |
| 545,5                 | 159,25 75          | 4,05            | 0,164                      |
| 551,5                 | 137,75 58,25       | 3,30            | 0,158                      |
| 555,5                 | 109,4 40,75        | 2,46            | 0,161                      |
| 561                   | 80,5 25,5          | 1,72            | 0,170                      |
| 591,5                 | 72 22,5            | 1,77            | 0,161                      |
| 599                   | 85,5 30,75         | 2,2             | 0,168                      |
| 602,5                 | 96,75 36,75        | 2,58            | 0,160                      |
| 609,5                 | 114,25 47,5        | 3,08            | 0,162                      |

L'erreur relative dans ces mesures varie de 4 à 2 % quand la période augmente de 1,72 à 4 s ; il est donc seulement possible d'affirmer que, si la diffusivité varie avec la fréquence, cette variation est lente dans le domaine considéré.

On remarquera une différence sensible de la valeur de D avec les déterminations précédentes. Comme nous l'avons signalé déjà, les deux moitiés de l'échantillon utilisé ici provenaient de deux régions contiguës dans la brique d'origine, la face d'attaque étant très proche de la surface extérieure, c'est-à-dire située dans une zone de grande densité. C'est la raison pour laquelle le coefficient D a ici une valeur élevée.

L'expression de D en fonction de la fréquence a une conséquence qui mérite d'être signalée. Les positions des couples d'observation étant fixées, l'erreur commise sur les mesures est minimum pour une fréquence bien déterminée. Soit  $\theta_1$  et  $\theta_2$  les amplitudes observées. Négligeons les erreurs provenant des mesures de la distance et de la fréquence. L'erreur principale est d'après (23) :

$$E = \frac{\Delta D}{D} = \left( \frac{\Delta \theta_1}{\theta_1} + \frac{\Delta \theta_2}{\theta_2} \right) \frac{2}{L\theta_1 - L\theta_2}$$

$$\theta = \exp - \mu x \quad \text{avec} \quad 2 D \mu^2 = \omega$$

Soit  $x_1$  et  $x_2$  les abscisses des axes des soudures de couples comptées à partir de la face d'attaque :

$$E = 2\Delta\theta \frac{\exp \mu x_1 + \exp \mu x_2}{\mu (x_2 - x_1)}$$

Les extrema de E sont également ceux de :

$$\frac{1}{\mu} (\exp \mu x_1 + \exp \mu x_2) \quad \text{quand } \mu \text{ varie}$$

Mais  $\mu$  fonction de  $\omega$  est positif ; l'expression ci-dessus admet un minimum pour :

$$\exp \mu (x_2 - x_1) = \frac{1 - \mu x_1}{\mu x_2 - 1}$$

Cette équation admet pour solution les abscisses de l'intersection d'une courbe exponentielle et d'une hyperbole. Soit  $\mu$  cette solution, on a :

$$x_1 < \frac{1}{\mu} < x_2$$

mais

$$\mu = \frac{2\pi}{\lambda} \quad 2\pi x_1 < \lambda < 2\pi x_2$$

Le choix de ces différents paramètres  $x_1$ ,  $x_2$ ,  $\lambda$  résulte des considérations suivantes :

a) la longueur d'onde  $\lambda$  doit être nettement supérieure au diamètre des fils de couple, c'est-à-dire de l'ordre du centimètre ;

b) la différence  $x_2 - x_1$  doit conserver une valeur suffisante pour ne pas entraîner une trop grande erreur relative sur la mesure des longueurs ;

c) si l'on désire mesurer  $D$  avec une erreur minimum,  $\lambda$  est fixée ainsi que l'intervalle  $x_1$ ,  $x_2$  ; ces deux abscisses sont donc presque déterminées. On peut toujours augmenter  $\lambda$  en prenant un échantillon de dimensions plus importantes.

### Harmoniques.

Les résultats donnés ci-dessus ont été calculés à partir des amplitudes des déviations galvanométriques. Comme nous l'avons déjà noté, l'onde thermique n'est pas parfaitement sinusoïdale, la méthode n'est qu'approchée. La présence des harmoniques offre les inconvénients suivants :

a) la nécessité de calculer la composante fondamentale d'après des enregistrements exige que ceux-ci soient précis, c'est-à-dire que le déroulement du papier soit parfaitement uniforme ;

b) les harmoniques augmentent inutilement la composante continue, donc le gradient, dans l'échantillon.

Nous avons donc réduit dans la mesure du possible l'importance des harmoniques afin que leur élimination se traduise par une correction seulement (quelques unités pour cent). Il serait souhaitable de les rendre négligeables et parvenir ainsi à se débarrasser de cet inconvénient. Ce dernier dessein est difficilement réalisable.

En effet, les harmoniques sont d'autant plus affaiblis que l'on considère des points plus éloignés de la face d'attaque, l'amortissement augmentant aussi avec leur ordre. Les amplitudes observées sur le couple 1-3 reçoivent donc une correction importante. La même correction sur le couple 2-4 est négligeable. Il en résulte que l'erreur introduite par la distorsion harmonique sur l'évaluation de  $D$  est multipliée par le facteur :

$$\frac{2}{L\theta_2 - L\theta_1} \text{ de la formule (23)}$$

c'est-à-dire un coefficient variant entre 2 et 4. Même en utilisant le dispositif électronique dont la distorsion est la plus réduite, 2 % sur le générateur et 3 % environ sur le couple d'après l'analyse harmonique, l'erreur sur  $D$  atteint 5 à 10 %. En raison de cette circonstance, pour obtenir des résultats absolus valables, il est indispensable de procéder à une correction. Le calcul d'analyse harmonique consiste à substituer au rapport des amplitudes observées celui des composantes fondamentales (harmonique 1) déduites d'un développement en série de Fourier. Ce calcul peut s'effectuer de différentes manières :

a) par calcul numérique ou analogique à partir d'ordonnées mesurées sur le graphique,

b) par calcul grapho-mécanique.

Nous préférons la dernière méthode qui, bien que de précision naturellement limitée, donne lieu à des erreurs sensiblement équivalentes ou moindres à partir d'une courbe expérimentale constituée par un enregistrement. Ces derniers appareils, coûteux eux aussi, sont aujourd'hui moins courants que les premiers et nous avons trouvé tardivement un organisme disposé à nous laisser utiliser celui qu'il possédait. Nous avons donc employé exclusivement les premières méthodes.

Dans un cas très défavorable (sinusoïde très déformée), ce calcul indique un rapport d'amplitude conduisant à une valeur de  $D$  corrigée supérieure de 6 à 7 %. Nous pensons que, dans les cas habituels plus favorables, cette différence doit diminuer de 1 à 2 points. Mais ces résultats sont valables pour des températures élevées ; quand cette dernière s'abaisse, la distorsion augmente comme nous l'avons vu. Cette dernière variant lentement dans le grand intervalle de température considéré, on peut cependant admettre que les résultats obtenus indiquent la loi de variation relative de  $D$ , bien que les valeurs absolues ne soient pas exactes faute d'une correction systématique après analyse harmonique.

## TITANATE DE BARYUM

### Origine.

Ces échantillons ont été préparés suivant des méthodes décrites dans des travaux antérieurs [24], [28]. Ils revêtent une forme cylindrique de révolution, d'un diamètre de 40 mm, d'une hauteur de 12 mm. Leur masse importante a seulement exigé une observation attentive des coefficients de tassement (axial : 2,35 ; diamétral : 1,26) afin de ne pas gaspiller de produit par l'obtention de formes géométriques désavantageuses (trop plate ou trop allongée). D'autre part ces dimensions importantes nous ont obligé à uti-

liser un matriçage à double effet et des cycles thermiques de frittage, parcourus assez lentement. Ces deux dernières précautions avaient pour but de prévenir les soufflures ou les ruptures.

L'échantillon formé de deux blocs sensiblement égaux présente une plage d'attaque de  $32 \times 26$  mm taillée parallèlement à leur axe de révolution commun. Les couples occupent des rainures disposées aux distances suivantes de la face d'attaque 2, 6, 21, 25 mm. Ils sont constitués par des fils chromel-alumel d'un diamètre de 0,1 mm.

### Résultats numériques.

Nous nous sommes proposé de mettre en évidence par cette méthode les changements de structure du titanate de baryum sous l'action des variations de température. Le titanate de baryum présente trois changements de

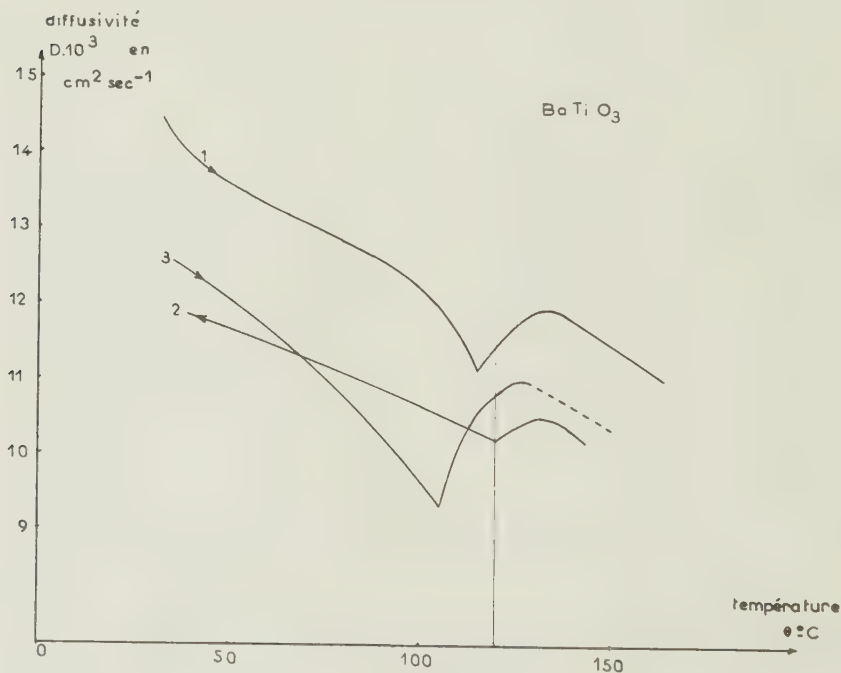


FIG. 17.

structures localisés à  $-70^{\circ}\text{C}$ ,  $10^{\circ}\text{C}$  et  $120^{\circ}\text{C}$ . Nous avons limité notre étude au changement de système tétragonal-cubique se produisant à  $120^{\circ}\text{C}$ . Il n'est pas évident que cette transformation structurale soit la plus commode

des trois à caractériser. Nous sommes arrêté à cette dernière parce qu'elle n'exigeait qu'un dispositif de chauffage (un thermostat à huile remplaçait le four d'ambiance). Le refroidissement est assuré alors par l'air ambiant ou éventuellement un serpent à eau froide.

Dans ces expériences nous avons limité volontairement la puissance dissipée dans le platine à 12 W. Elle était fournie par le générateur électronique d'impulsion. Le galvanomètre placé à 10 m procurait la sensibilité maximum.

Nous avons procédé à trois séries d'expériences (fig. 17) :

- courbe 1 première montée de température,
- courbe 2 baisse de température,
- courbe 3 deuxième montée de température.

*Courbe 1.*

| Température<br>en ° C | Déviation<br>en mm |      | Période<br>en s | $10^4 D$<br>D en $\text{cm}^2/\text{s}$ |
|-----------------------|--------------------|------|-----------------|-----------------------------------------|
| 32                    | 131                | 36   | 20,65           | 146                                     |
| 40                    | 136                | 36   | »               | 138                                     |
| 52                    | 132                | 34   | »               | 132                                     |
| 67                    | 128                | 33   | »               | 132                                     |
| 91                    | 137,5              | 34,5 | »               | 127                                     |
| 100                   | 133,5              | 33   | »               | 122                                     |
| 115                   | 145                | 33   | »               | 111                                     |
| 131                   | 146                | 35   | »               | 119                                     |
| 139                   | 143,5              | 34,5 | »               | 120                                     |
| 155,5                 | 196,5              | 45   | »               | 112                                     |
| 163,5                 | 200                | 45,5 | »               | 111                                     |

*Courbe 2.*

|       |       |      |   |     |
|-------|-------|------|---|-----|
| 144   | 165   | 35   | » | 101 |
| 132,5 | 167   | 36,5 | » | 105 |
| 129,5 | 171   | 37   | » | 104 |
| 119,5 | 173   | 37   | » | 102 |
| 108,5 | 140   | 31   | » | 107 |
| 100,5 | 158,5 | 35   | » | 107 |
| 98,5  | 159   | 35   | » | 106 |
| 76,5  | 154,5 | 34,5 | » | 108 |
| 64,5  | 159,5 | 37,0 | » | 114 |
| 55    | 150,5 | 36   | » | 119 |
| 51,5  | 155   | 37   | » | 119 |

*Courbe 3.*

|    |       |      |       |     |
|----|-------|------|-------|-----|
| 40 | 165,5 | 40,5 | 20,26 | 125 |
| 43 | 173,5 | 42   | »     | 123 |
| 80 | 177,5 | 39   | 20,30 | 108 |
| 94 | 199,5 | 41   | 20,30 | 99  |

| Température<br>en °C | Déviation<br>en mm | Période<br>en s | $10^4 D$<br>D en $\text{cm}^2/\text{s}$ |
|----------------------|--------------------|-----------------|-----------------------------------------|
| 95                   | 197,5 41,5         | 20,29           | 102                                     |
| 100                  | 167,5 34           | 20,30           | 97                                      |
| 105                  | 164,5 32,5         | 20,30           | 94                                      |
| 116,5                | 171 37,5           | 20,38           | 107                                     |
| 122,5                | 164,5 36,5         | 20,36           | 109                                     |
| 125,5                | 165,5 36           | 20,36           | 106                                     |
| 126,5                | 163 36,5           | 20,32           | 110                                     |
| 129                  | 164 37,0           | 20,35           | 109                                     |

Ces expériences montrent que la mesure de la diffusivité thermique permet de caractériser une transformation structurale en phase solide. Elles sont à rapprocher des résultats obtenus par d'autres auteurs [7] [12] [22] ayant pour but eux aussi de mettre en évidence et d'étudier un point de Curie (nickel). Dans le cas envisagé on remarquera cependant que les valeurs du coefficient  $D$  sont différentes, lorsque la température décroît (courbe 2) ou croît (courbe 3). Ce phénomène est à rapprocher de celui qui accompagne les variations de la constante diélectrique en fonction de la température [33] qui présente, elles aussi, de l'hystérésis. On remarquera aussi que la courbe 1 qui correspond à la première élévation de température correspond à des valeurs de  $D$  qui diffèrent très nettement des déterminations postérieures. Il faut sans doute regarder ce fait comme un phénomène de recuit. Le chauffage très lent de l'échantillon dans cette expérience a dû faire disparaître des contraintes nées du refroidissement après frittage, ou du travail de l'échantillon pour le découpage de la face d'attaque.

### Erreur sur les mesures de diffusivité.

Le calcul d'erreur s'effectue comme dans le cas de l'oxyde de béryllium. L'erreur principale provient de la mesure des amplitudes.

La précision sur la mesure relative varie entre 1 et 1,5 %. L'erreur sur la mesure absolue comprend : celle sur la mesure de longueur, soit 0,5 %, et celle sur l'évaluation de la période, c'est-à-dire la stabilité du générateur 0,5 %. La précision sur la mesure absolue varie entre 2 et 2,5 %.

### Harmoniques.

En raison de la sensibilité aux harmoniques des résultats des mesures, il aurait été également désirable d'appliquer ici aussi systématiquement la correction par analyse harmonique. Cependant, les variations du coefficient  $D$  étant ici beaucoup plus réduites, le coefficient :

$$\frac{2}{L\theta_2 - L\theta_1}$$

varie peu et il est voisin de 1,4.

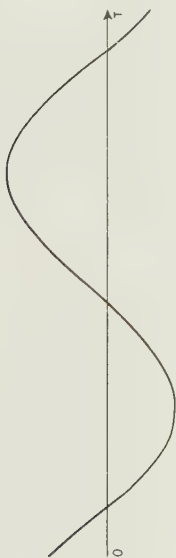
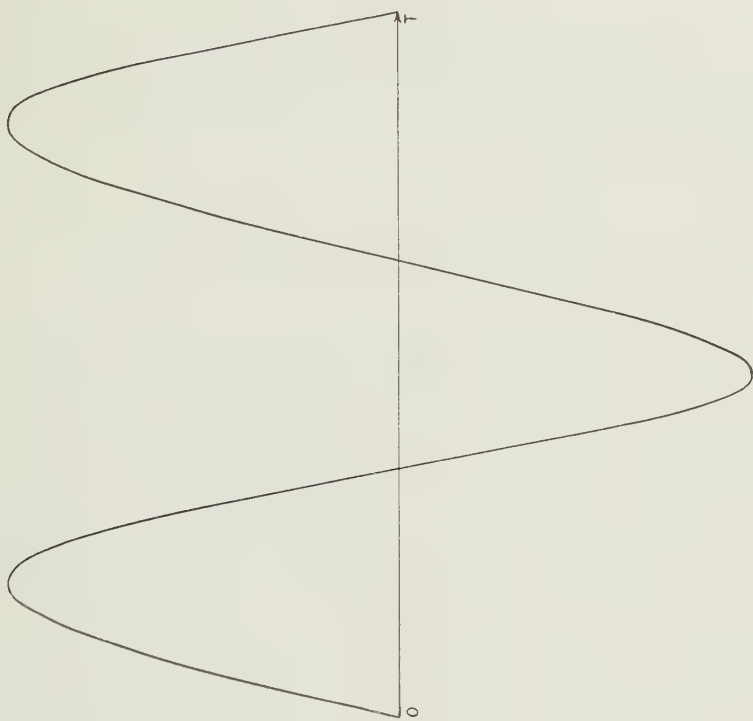


FIG. 18.

Nous avons calculé la distorsion affectant les variations de températures sur les couples 1-3 et 2-4, la température moyenne étant de 129°C (figure 17 courbe 3). La courbe (fig. 18) était divisée en vingt intervalles; nous avons obtenu les résultats suivants :

| couples       |              | 1 — 3 | 2 — 4 |
|---------------|--------------|-------|-------|
| amplitudes    | brute        | 164   | 37    |
| crête à crête | harmonique 1 | 159,5 | 36,98 |
| distorsion    |              | 3 %   | 0,1 % |

Il en résulte une valeur de D égale à 0,0116, soit une différence de 6,4 %,

## CONCLUSION

La méthode dynamique ne fait appel à aucune mesure calorimétrique, toujours délicate, du fait de l'absence de bons isolants thermiques. Les mesures résultent de la comparaison de deux effets thermiques de l'ordre du degré. Il n'y a donc plus l'obligation de mesurer des différences de températures qui peuvent devenir de l'ordre de grandeur de l'instabilité des thermostats. Par ailleurs, l'étalonnage des couples n'intervient pas de façon essentielle, il suffit de s'assurer de la constance des caractéristiques dans un même lot de fils.

La méthode dynamique utilisant un signal recurrent offre aussi un autre avantage : elle permet de déceler ou d'éliminer les phénomènes stochastiques (résistance de passage) que les méthodes du signal unique ne peuvent mettre en évidence que par un grand nombre d'expériences répétées.

Enfin cette méthode permet d'entretenir des effets thermiques de fréquence élevée. Ces fréquences raccourcissent la durée de la période transitoire, elles diminuent l'influence perturbatrice de la proximité des bords. Elles permettent aussi de pratiquer des essais dans des conditions beaucoup plus proches de celle des chocs thermiques pour l'étude desquels la détermination de la diffusivité est indispensable. Éventuellement les essais d'impulsions thermiques peuvent être poussés jusqu'à la rupture de l'échantillon pour des études de fatigue thermique.

## BIBLIOGRAPHIE

1. A. J. ANGSTRÖM. — *Annalen der Physik und Chemie*, 1861, 114, p. 513-30.
2. J. D. FORBES. — *Trans. of the Royal Society of Edinburgh Scotland*, part. I, 1864, 23, p. 133-46. Part. II, 1867, 24, p. 73-110.
3. H. WEBER. — *Annalen der Physik und Chemie*, 1872, 146, p. 257-83.
4. R. W. KING. — *Physical Review*, séries 2, 1915, 6, p. 437-45.
5. DROIN. — *Étude des thermostats et variateurs de température*, 1927, Thèse, Paris.
6. P. VERNOTTE. — *Bul. de l'Union des Physiciens*, 1935, janv., p. 209-17.
7. STARR. — *Review Sci. inst.*, 1937, 8, 61-4.
8. A. I. DAHL. — Temperature its measurement and control in science and industry, *American Institute of physics Reinhold*, 1941, p. 1238-66.
9. Ch. FABRY. — *Propagation de la chaleur*, Armand, Colin, 1942, p. 186.
10. P. LAPOUJADE et L. GUIGNIER. — *Bulletin de la Société Française de Céramique*, 1951, n° 13, p. 10-12.
11. J. COURSAGET. — *Annales de Physique et Chimie*, 1952, 7, p. 30-90.
12. P. H. SIDLES AND G. C. DANIELSON. — *Journal Appl. Phys.*, 1954, 25, 1, 58-66.
13. KINGERY. — *Jour. Amer. Cer. Soc.*, 1954, fév.
14. J. F. CLEMENTS et J. WYSE. — *Transat. of the British Ceramic Society*, 1954, fév., p. 134-5.
15. POWELL. — *Trans. Brit. Cer. Soc.*, 1954, juillet.
16. BRONWELL. — *Advanced Mathematics in Physics and Engineering*, 1954, Mac Graw Hill.
17. M. A. HIFNI et B. T. CHAO. — *Trans. of A. S. M. E.*, 1956, p. 813-21.
18. HIMSWORTH. — *Determination of the thermal conductivity of insulating bricks*, 1957-56, juillet 345-54.
19. GEWISS et CHRISTIAEN. — *Publication du C.E. A.*, 1957, rapport MCA/481.
20. ANGOT. — *Compléments de Mathématiques*, 1957, Collection technique du C. N. E. T., 7-5, p. 360-427.
21. G. MALECOT. — Manuscrits inédits.
22. L. HUGON et JAFFRAY. — *Annales de Physique*, 1955, t. 10, p. 377-85.
23. SICARD, L. EYRAUD, Ch. EYRAUD. — 2<sup>e</sup> Conférence des Nations-Unies sur l'utilisation de l'énergie atomique à des fins pacifiques, 1958, Genève A, Conf. 15, p. 1159.
24. L. EYRAUD. — Thèse, Lyon, n° 219, 1956, p. 11.
25. C. KITTEL. — *Introduction à la Physique de l'État Solide*, 1958. Dunod.
26. R. CAILLAT et R. POINTUD. — Conférence des Nations Unies sur l'utilisation de l'énergie atomique, 1955, Genève, p. 345.
27. C. E. A.-PÉCHINEY. — Brevet français, n° 694 802, 1955.
28. P. TURLIER. — Thèse, Lyon, n° 244, 1959.
29. GEWIS et LABBÉ. — Rapport M. C. A., 481, 1957, p. 11.
30. E. RYSCHKWITSCH. — *Oxydkeramik*, 1948, p. 209.
31. WHITE et SHREMP. — *J. A. C. S.*, 22, 185, 1939.
32. WHITE, SHREMP, SAWYER. — *J. A. C. S.*, 22, 157, 1940.
33. M. E. DROUGARD et D. R. YOUNG. — *Phys. rev.*, 95, 1152, 1954.

## TABLE DES MATIÈRES

|                                                                                                                     |    |
|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|----|
| Préambule .....                                                                                                     | 7  |
| Introduction .....                                                                                                  | 9  |
| Chapitre I. — MÉTHODE DE MESURES.....                                                                               | II |
| Principe.....                                                                                                       | II |
| Influence des bords.....                                                                                            | 14 |
| 1 <sup>re</sup> méthode. 2 <sup>e</sup> méthode. Résultats.....                                                     | 14 |
| Ecran et anneau de garde.....                                                                                       | 25 |
| 1 <sup>re</sup> approximation. 2 <sup>e</sup> approximation. 3 <sup>e</sup> approximation.....                      | 27 |
| Perturbations dues aux soudures thermoélectriques.....                                                              | 31 |
| Conditions aux limites. Discontinuités. Discontinuité et attaque<br>thermique planes. Discontinuité circulaire..... | 32 |
| Chapitre II. — APPAREILLAGE.....                                                                                    | 41 |
| Dispositif d'attaque thermique.....                                                                                 | 41 |
| Principe. Chauffage par rayonnement. Chauffage par conduction.                                                      | 41 |
| Générateur d'impulsion.....                                                                                         | 44 |
| Dispositif électromécanique. Dispositif électronique.....                                                           | 45 |
| Échantillons.....                                                                                                   | 47 |
| Couples thermoélectriques .....                                                                                     | 49 |
| Disposition des couples. Choix des couples. Exécution des sou-<br>dures.....                                        | 49 |
| Chauffage d'ambiance.....                                                                                           | 51 |
| Mesures.....                                                                                                        | 52 |
| Mesures des températures. Mesure de longueur. Mesure de la<br>période.....                                          | 52 |
| Chapitre III. — APPLICATIONS.....                                                                                   | 60 |
| Oxyde de béryllium .....                                                                                            | 60 |
| Origine. Résultats numériques. Erreur sur les mesures de diffu-<br>sivité. Choix des fréquences. Harmoniques.....   | 60 |
| Titanate de baryum.....                                                                                             | 67 |
| Origine. Résultats numériques. Erreur sur les mesures de diffu-<br>sivité. Harmoniques.....                         | 67 |
| CONCLUSION .....                                                                                                    | 73 |
| BIBLIOGRAPHIE.....                                                                                                  | 74 |

## DEUXIÈME THÈSE

PROPOSITIONS DONNÉES PAR LA FACULTÉ :

**Théories des chaleurs spécifiques.**

VU :

*Les Membres du Jury :*

R. BERNARD.  
G. MALECOT.  
Ch. EYRAUD.  
L. EYRAUD.

VU ET APPROUVÉ :

*Le Doyen de la Faculté des Sciences,*  
A. MOUSSA

VU ET ACCORDÉ LE PERMIS D'IMPRIMER :

Lyon, le 8 juin 1959

*Le Recteur,*  
*Président du Conseil de l'Université,*  
A. ALLIX



